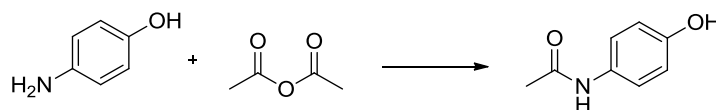


Hovedpine væk

A. Paracetamol



I en 50 ml konisk kolbe forsynet med en omrørmagnet og et termometer, tilsættes 4-aminophenol (50 mmol). Dertil tilsættes vand (15 ml) samt eddikesyreanhydrid (60 mmol) hvorefter omrøringen startes og der varmes til 50 °C. Efter omrøring under varme i ca. 30 min tages en TLC (NOTE 1).

Ved endt reaktion slukkes der for varmen, og efter 5 min køles der på et isbad til temp. < 10 °C. Det udfældede stof isoleres ved sugefiltrering, og vaskes på filtret med ca. 10 ml isvand.

Råproduktet overføres til en 100 ml konisk kolbe forsynet med en magnet, hvorved det oplømmes i ca. 40 ml vand. Magnetomrøreren startes, og der opvarmes til kogning. Den kogende opløsning filtreres (NOTE 2), og henstilles til frivillig afkøling (NOTE 3). Der køles efterfølgende til 0 °C, hvor det udfældede stof isoleres ved sugefiltrering.

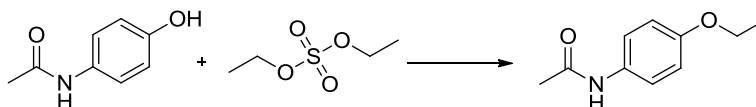
Produktet overføres til en afvejet 50 ml rundbundet kolbe (NOTE 4), hvorefter produktet tørres ved 60 °C på en rotationsfordamper ved membranpunbetryk (ca. 1 kPa) indtil konstant vægt (NOTE 5). Vejledende udbytte: 80 %. Smp. 168-169 °C.

Der optages et ¹H- NMR spektrum (NOTE 6) som kontrol af stoffets identitet og renhed. Husk at gemme lidt produkt til senere TLC prøver!

Noter:

- NOTE 1: En smule af reaktionsblandingen tages ud, og fortyndes/opløses i en smule ethylacetat. (produktet kan fælde ud undervejs i reaktionen!) Som reference benyttes 4-aminophenol, der også opløses i ethylacetat. Eluenten: heptan-ethylacetat (1:2). Spørg om hjælp af en vejleder.
- NOTE 2: Filtrering kan undlades hvis opløsningen er homogen (klar).
- NOTE 3: Når krystallisationen er begyndt, men ikke før, kan afkølingen fremskyndes ved køling på is. Hvis krystallisationen ikke starter, kan støv fra filtreringen af råproduktet tilsættes til opløsningen (podning).
- NOTE 4: Afvej og noter taravægt og bruttovægt.
- NOTE 5: Spørg en vejleder for information om rotationsfordamperen. Efter 20 min. afvejes kolben, hvorefter afvejningen sker i 10 min. intervaller indtil konstant vægt.
- NOTE 6: Anbring 5-10 mg stofprøve (ca. et "tændstikhoved") i et NMR-rør og opløs i 0.6 ml DMSO-d₆. (phenacetin optages med CDCl₃)

B. Phenacetin ((4-Ethoxyphenyl)acetamid)



I en 25 ml konisk kolbe forsynet med en omrørmagnet, opløses (4-hydroxyphenyl)acetamid (paracetamol, 20 mmol) i 2 M NaOH (10 ml). Dertil tilsættes diethylsulfat (20 mmol) (ADVARSEL: NOTE 7). Kolben anbringes på en magnetomrører med varme, hvorved der opvarmes til ca. 70 °C. Der omrøres i 30 min. hvorefter der tages en TLC prøve (NOTE 1). Ved endt reaktion afkøles der til 0 °C.

Bundfaldet isoleres ved sugefiltrering, og vaskes med 10 ml isvand. Råproduktet omkrystalliseres ved at overføre det til en konisk kolbe, og koge det op i abs. ethanol. Dette gøres ved at tilsætte portionsvis abs. ethanol (ca. 40 ml) indtil alt er opløst. Hvis der efter lang tids kogning stadig observeres bundfald, frafiltreres dette (NOTE 8), og den kogende opløsning sættes til køling (NOTE 3).

Vejledende udbytte: 80 %. Smp. 136-137 °C.

Der optages et ¹H-NMR spektrum (NOTE 6) som kontrol af stoffets identitet og renhed.

Noter:

- NOTE 7: Diethylsulfat er meget giftigt. Få hjælp af en vejleder. Alt apparatur, der har været i kontakt med diethylsulfat skal renses i et bad med fortyndet ammoniakvand!
- NOTE 8: Filtreringen sker, ved at opvarme lidt ethanol i en konisk kolbe, hvortil der er tilsat en glastragt samt et foldefilter. Dette opvarmes til kogning, så filtret også er varmt. Dertil overføres den kogende opløsning, og alle rester filtreres væk. Herefter køles den koniske kolbe ned hvor produktet fælder ud.