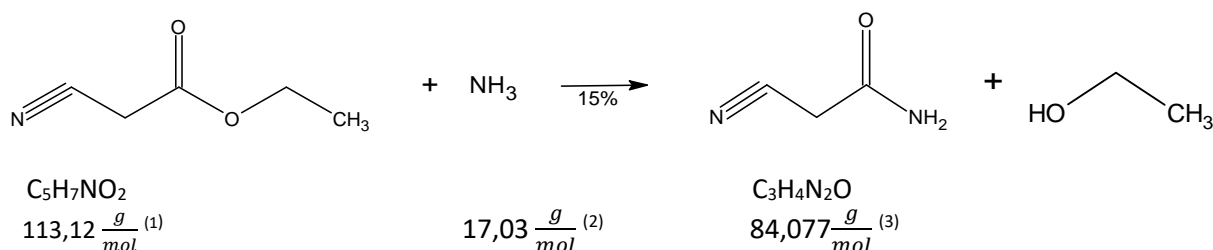


Versuchsnummer 4.4.2.2

Reaktion von Cyanessigsäureethylester mit Ammoniak

1. Reaktionsgleichung



2. Versuchsaapparaturen:

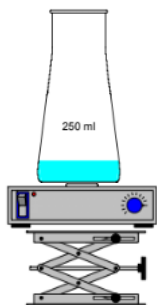


Abb. 1:
 Erlenmeyerkolben
 mit Rührfisch ⁽⁴⁾

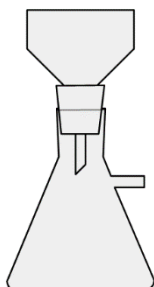


Abb. 2:
 Büchnertrichter mit
 Saugflasche



Abb. 3: Heizbad mit
 Kolben und
 Rührfisch, sowie
 Rückflusskühler ⁽⁴⁾

3. Versuchsdurchführung:

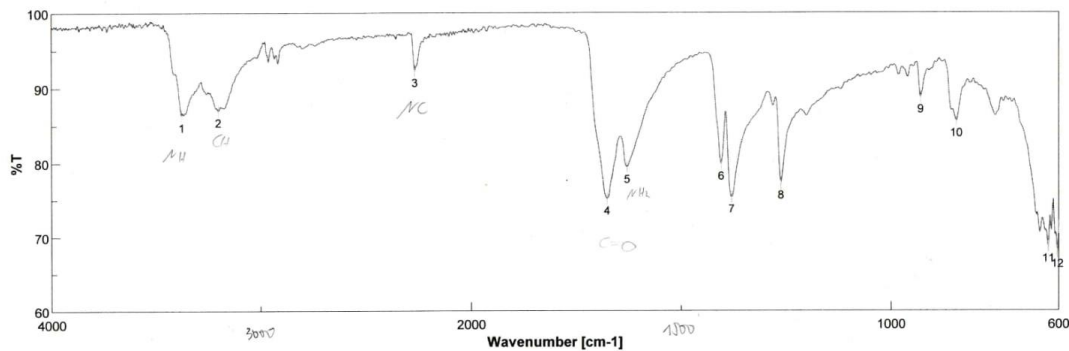
In einen Erlenmeyerkolben mit Rührfisch wurden 8,5 ml (113,5 mmol) (NH₃-Lösung (25-proz.) und 9,5 ml (89 mmol) Cyanessigsäureethylester gegeben und fünf Minuten lang kräftig gerührt (Abb. 1). Das Gemisch wurde dann ca. eine Stunde in einer Eiskochsalzmischung gekühlt. Danach wurde es auf einem zuvor im Eisbad gekühlten Büchnertrichter in eine Saugflasche abgesaugt und zweimal mit je 10 ml, ebenfalls im Eisbad vorgekühltem, Ethanol gewaschen (Abb.2). Von dem an der Luft getrocknetem Rohprodukt wurde anschließend die Ausbeute sowie der Schmelzpunkt bestimmt. Danach wurde in Ethanol umkristallisiert (Abb. 3) und Ausbeute, Schmelzpunkt sowie IR-Spektrum des gereinigten Produktes aufgenommen.

4. Ergebnisse und Analytik:

Ausbeute: Rohprodukt: 3,06 g (42 % der theoretischen Ausbeute von 7,356g)
 Aufgereinigtes Produkt: 1,08 g (15 % der theoretischen Ausbeute)

Schmelzpunkt: Rohprodukt: 102°C
 Aufgereinigtes Produkt: 119°C
 Literaturwert: 119°C-121°C ⁽³⁾

IR-Banden: 3379 cm⁻¹ NH-Valenzschwingungen
 3203 cm⁻¹ CH-Valenzschwingungen
 2270 cm⁻¹ CN-Valenzschwingungen
 1676 cm⁻¹ CO-Valenzschwingungen
 1628 cm⁻¹ NH-Deformationsschwingungen



Accumulation 16 Resolution 4 cm-1
 Zero Filling OFF Apodization Cosine
 Gain 8 Scanning Speed 2 mm/sec
 Date/Time 09.09.2022 13:26 Update 09.09.2022 13:27
 Operator
 File Name Memory#2
 Sample Name
 Comment

No.	cm-1	%T	No.	cm-1	%T	No.	cm-1	%T	No.	cm-1	%T	No.	cm-1	%T
1	3378.67	86.3485	2	3203.18	87.0222	3	2269.81	92.3172	4	1675.84	75.1671	5	1627.63	79.4279
6	1405.85	79.8471	7	1380.78	75.388	8	1263.15	77.2539	9	929.521	88.7815	10	844.669	85.5936
11	624.823	68.6673	12	603.61	67.9193									

Abb. 4: IR-Spektrum

5. Antwort zu den Fragen in der Versuchsvorschrift:

1. Man beschreibe die Veränderungen des Reaktionsgemisches.

Das Reaktionsgemisch wurde vorerst milchig trüb, nach weiterem rühren war es jedoch klar und farblos.

2. Was lässt sich beobachten?

Beim Abkühlen im Eisbad fällt ein weißer Feststoff aus.

3. Warum muss man kühlen?

Die Löslichkeit eines Stoffes steigt proportional zu der Temperatur der Lösung. Damit also möglichst viel Produkt auskristallisiert muss die Temperatur erniedrigt werden.

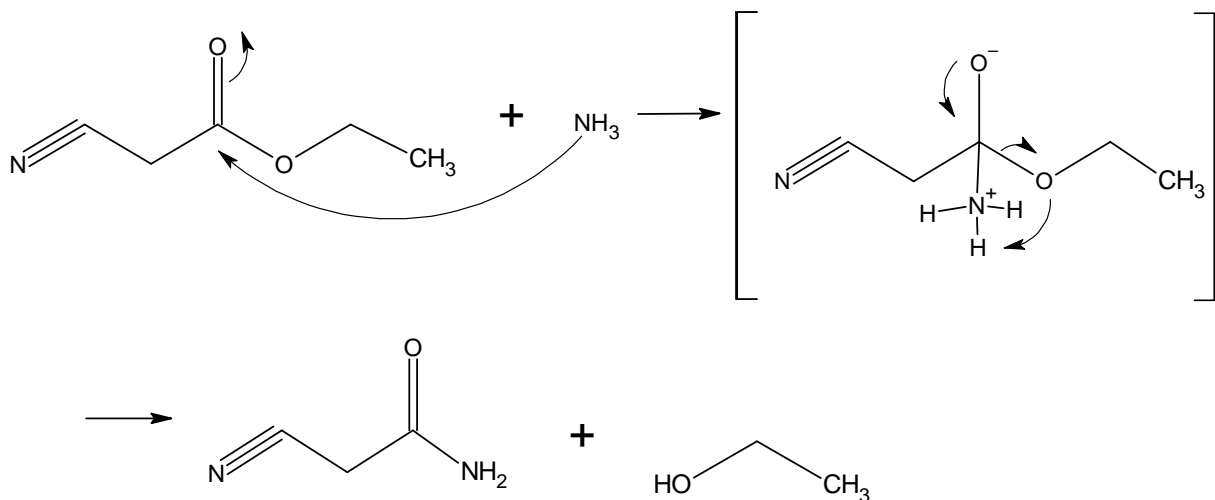
4. Weshalb nicht über einen Faltenfilter filtrieren?

Das filtrieren über einer Saugflasche mit dem Büchnertrichter geht wesentlich schneller als mit einem gewöhnlichen Trichter und Faltenfilter. Somit kann auch das Ethanol schneller abgesaugt werden, ohne dass es sich wieder auf Zimmertemperatur erwärmt und mehr Produkt in sich löst. Damit der Unterdruck nicht an dem Filter vorbeizieht, ist ein Rundfilter bestens als Einlage in den Büchnertrichter geeignet.

6. Reaktionsmechanismus

Bei der folgenden Reaktion handelt es sich um eine nucleophile Substitution.

Der Ammoniak greift mit seinem freien Elektronenpaar das Kohlenstoffatom der Estergruppe des Cyanessigsäureethylesters an.. Während eines Übergangszustandes liegt der Sauerstoff der Carbonyl Gruppe negativ geladen vor, während der Stickstoff der nun neu entstandenen Aminogruppe protoniert vorliegt. Durch das Zurückklappen eines freien Elektronenpaares der Sauerstoffes wird Ethanolat abgespalten, welches außerdem die Aminogruppe deprotoniert und somit zu Ethanol wird.



7. Literatur

- (1) Gestis Stoffdatenbank. <https://gestis.dguv.de/data?name=038010>. Aufgerufen am 28.09.2022
- (2) Gestis Stoffdatenbank. <https://gestis.dguv.de/data?name=001100>. Aufgerufen am 28.09.2022
- (3) Merck. <https://www.sigmaaldrich.com/DE/de/product/aldrich/108448>. Aufgerufen am 28.09.2022
- (4) Versuchsanleitung. „4.2.2 Reaktion von Cyanessigsäure mit NH₃“. Goethe Universität Frankfurt am Main