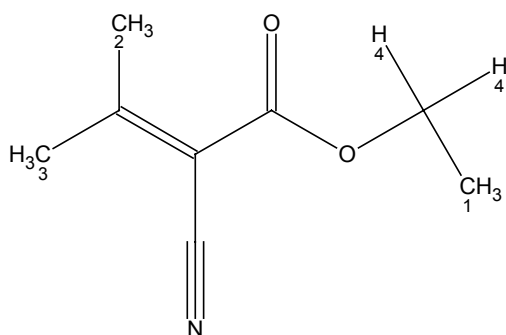
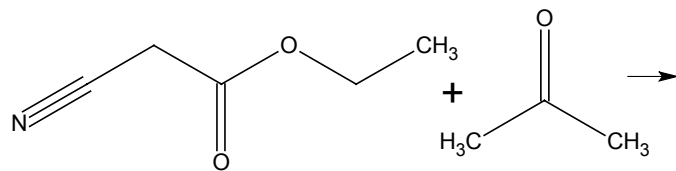


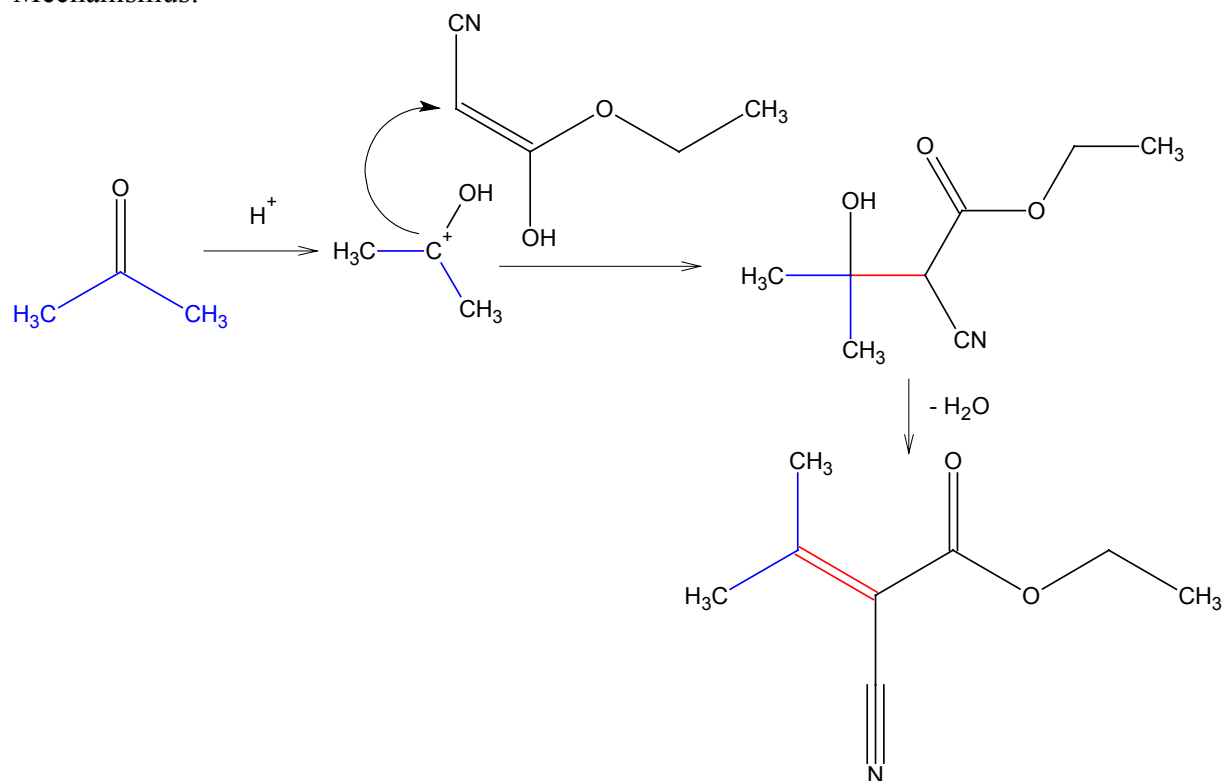
2-Cyan-3-Methyl-2-Butensäureethylester

Name: Ondrej Burkacky (ondrej@chemiker.org)

Literatur: Nielsen et al.; Acta Chem. Scand., 13/1959,1943,1951



Mechanismus:



Ansatz:

Ethylcyanoacetat: 85 g (0,75 mol)

Aceton: 56 g (0,97 mol)

Durchführung

Ein Gemisch aus 85g Ethylcyanoacetat, 56g Aceton (frisch destilliert), 9g Eisessig, 6g Ammoniumacetat und 75ml Chloroform wird in einem 500ml Kolben am Wasserabscheider (besondere Bauweise, da Chloroform schwerer als Wasser) refluxiert bis sich kein Wasser mehr abscheidet (130 min) – es schieden sich 0,69 mol Wasser ab (Umsatz 92,5%).

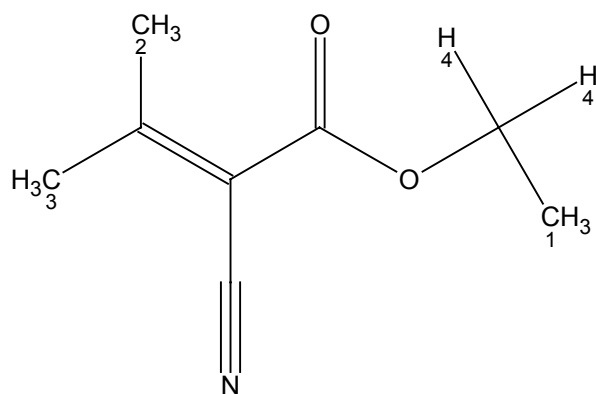
Danach wird das Chloroform abdestilliert und die gelbliche Lösung zum auskristallisieren in den Kühlschrank gestellt.

Es scheiden sich gelbliche Kristalle ab, die beim Abnutschen und Trocknen weiß werden.

Ausbeute: 45,52 g (0,297 mol) oder 39,6 % an 2-Cyan-3-Methyl-2-Butensäureethylester.

Analyse

^1H NMR (CDCl_3 , 500 MHz): δ = 0 (s, $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$), 0,0721 (s, $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$), 1,3460 (t, $J=5,15$ Hz, 3H, 1-H), 2,3121 (s, 3 H, 2-H), 2,4101 (s, 3 H, 3-H), 4,2737 (q, $J=7,2$ Hz, 2 H, 4-H), 7,2836 (s, CHCl_3)



Masse: M^{+1} Signal bei 154 (ansonsten wenig aussagekräftig)

IR: Referenz liegt bei, sehr gute Übereinstimmung