

# Synthese von Nitromethan

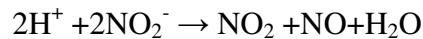
## Aufgabe

Es ist Nitromethan aus Chloressigsäure herzustellen.

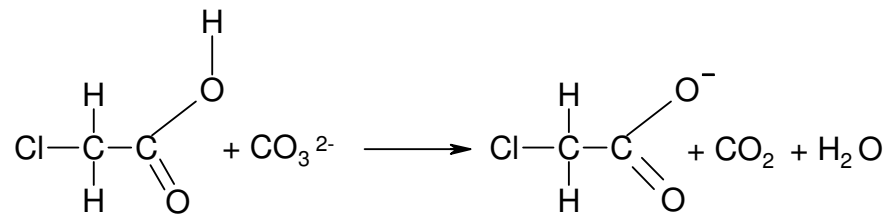
Alle Beobachtungen, Messungen und Berechnungen sind im Laborprotokoll festzuhalten. Ihr Protokoll sollte auch die Berechnungen der theoretischen und praktischen Ausbeute sowie die Reinheitsüberprüfung enthalten.

## Theorie

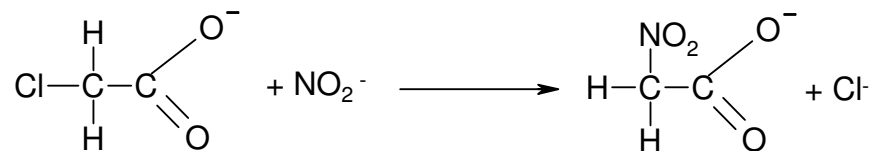
Chloressigsäure wird in einer nucleophilen Substitutionsreaktion nitriert. Das Reaktionsprodukt zerfällt in Nitromethan und Kohlendioxid. Zur Nitrierung benutzt man  $\text{NaNO}_2$ . Das  $\text{NO}_2^-$ -Ion disproportioniert in saurer Lösung gemäß



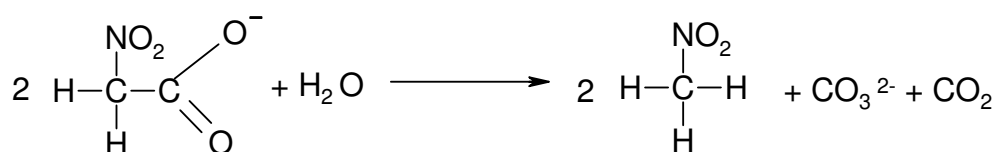
Daher muss die Chloressigsäure zunächst in das Natriumsalz übergeführt werden:



Die Chloracetat-Ionen setzen sich in einer nucleophilen Substitution mit den Nitrit-Ionen zu Nitroacetat-Ionen um:



Beim Erhitzen wird unter Aufnahme von Wasser Nitromethan gebildet:



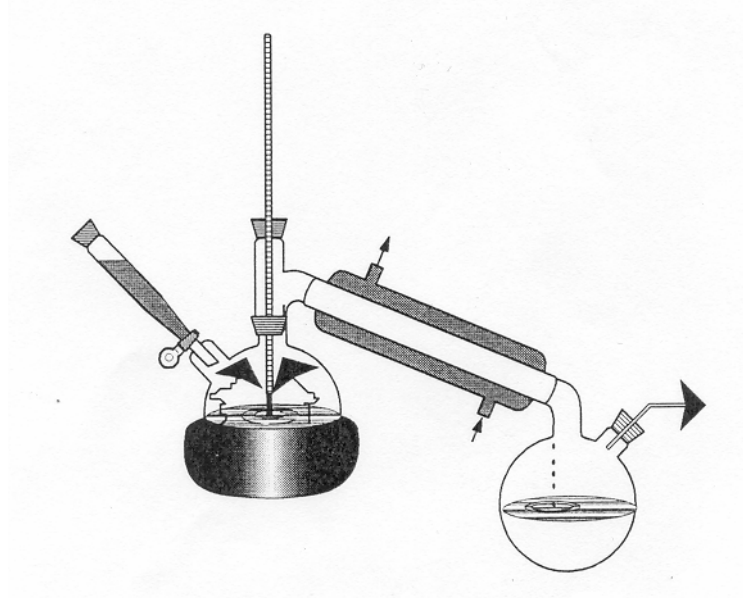
Die Carbonat-Ionen spalten sich unter Wasseraufnahme in Kohlendioxid und Hydroxid-Ionen.

## Geräte und Chemikalien

Destillationsapparatur, Becherglas 400 mL, elektrische Heizkappe, Scheidetrichter, Chloressigsäure,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (wasserfrei), Phenolphthaleinlösung,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{CaCl}_2$  (wasserfrei).

## Durchführung

0,5 Mol Chloressigsäure werden in einem Becherglas in 100 mL Wasser gelöst. Man setzt festes  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  zu, bis das Stoffgemisch basische Reaktion zeigt. (Prüfung mit Phenolphthaleinlösung auf Filtrierpapier.) Jetzt wird eine Lösung von 0,5 Mol  $\text{NaNO}_2$  in 60 mL Wasser zugesetzt.



50 mL dieses Reaktionsgemischs werden in den Destillationskolben übergeführt. Den Rest dieses Reaktionsgemischs gießt man in den Tropftrichter.

Mit der Heizkappe wird das Reaktionsgemisch auf eine Innentemperatur von  $90\text{ }^\circ\text{C}$  erhitzt und dann bei dieser Temperatur gehalten. Im Kolben bildet sich unter kräftiger  $\text{CO}_2$ -Entwicklung Nitromethan. Das Nitromethan destilliert mit Wasser zusammen in die Vorlage über. Während der Reaktion läßt man den Rest der Lösung langsam so ins Reaktionsgemisch tropfen, daß die Reaktion in Gang bleibt ohne zu heftig zu werden.

Das Nitromethan/Wasser-Gemisch wird so lange aufgefangen, wie öliges Destillat übergeht. Das aufgefangene Gemisch bezeichnen wir als Lösung A. Dann wird der Vorlagekolben gewechselt und nochmals 25 mL Destillat gesammelt (Lösung B).

Aus Lösung A wird das Nitromethan im Scheidetrichter abgetrennt und die verbliebene wässrige Phase mit Lösung B vereinigt. Das hierbei entstandene Gemisch bezeichnen wir als Lösung C. Lösung C wird mit NaCl gesättigt und nochmals destilliert. Hierbei wird etwa 1/4 des Gesamtvolumens der Lösung C in der Vorlage aufgefangen und hieraus anschließend nochmals Nitromethan im Scheidetrichter abgetrennt.

Die beiden Nitromethanmengen werden vereinigt, über wasserfreiem  $\text{CaCl}_2$  getrocknet und zum Reinprodukt destilliert. Der Siedepunkt beträgt bei Normaldruck  $101^\circ\text{C}$ .

Die Reinheit des erhaltenen Nitromethans ist refraktometrisch zu überprüfen:  $n_{\text{D}}^{20} = 1,3827$ .