

Reactant	Formula	FW	K	n	C	m	V	d	Yield
1	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub>	104.1094	1	0.2401 mol	-	25 g	-	-	Based on
2	H <sub>2</sub> S	34.0809	1	-	-	-	-	-	-
3	HCl	36.4609	1	-	-	-	-	-	-
4	Na <sub>2</sub> S	78.0445	1	0.7688 mol	-	60 g	-	-	-
Product									
1	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> S	138.1902	1	0.2401 mol	-	33.179 g	-	-	100 %

Ein 250 ml Zweihalsrundkolben, mit 100 ml Tropftrichter mit Druckausgleich und Hahnschliff, wurde mit 60 g Natriumsulfid-Hydrat<sup>1</sup> (tech.) bestückt und von außen mittels Eiswasser gekühlt. Über einen kurzen Schlauch wurde ein zweiter 250 ml Zweihalsrundkolben, mit Gaseinleitungsrohr, welches kurz über die Reaktionsoberfläche reicht und ein 3-Wegehahn (PTFE) angeschlossen. Der 3-Wegehahn wurde mit einem Luftballon verbunden, dieser dient sowohl der Druck als auch der Reaktionskontrolle. In den zweiten Kolben wurden 25 g geschmolzenes Pyridin-2-carbonitril in 20 ml Triethylamin vorgelegt und mittels Magnetrührstab gerührt.

Nun lässt man langsam halbverdünnte Salzsäure zum Natriumsulfid tropfen, bis zur Verdrängung der Luft aus der Apparatur wird dabei über den 3-Wegehahn der Druck abgelassen. Sobald der H<sub>2</sub>S Geruch wahrnehmbar ist (Vorsicht!) wird auf den Luftballon umgeschaltet und so ein leichter Überdruck realisiert. Gut zu erkennen ist, wie der Ballon sehr schnell kleiner wird, da H<sub>2</sub>S abreagiert. Sobald kein Druck mehr durch den Ballon angezeigt wird, wird erneut Salzsäure zugesetzt und so weiter. Die Reaktionsmischung erwärmt sich bis zum Rückfluss und färbt sich bald gelb-grünlich, später fällt bereits Produkt aus. Wenn die Reaktion fast zum Erliegen gekommen ist, da nur noch sehr wenig H<sub>2</sub>S aufgenommen wird (nach ca. 15 min.), wird der Ballon ein letztes Mal aufgeblasen und so 60 min gerührt, die Reaktionsmischung erstarrt völlig oder wird sehr schwer rührbar. Manchmal verspritzt die Lösung auch und ein großer Teil der Reaktion haftet an der Kolbenwand. Nach beendeter Reaktion soll der Kolbeninhalt mit H<sub>2</sub>S gesättigt sein.

Dann wurden 200 ml Wasser zugesetzt und unter dem Abzug abgesaugt, der Filterkuchen mit reichlich Wasser gewaschen, bis er hellgelb ist<sup>2</sup>. Hiernach wurde noch mit Petrolether gewaschen und *in vacuo* getrocknet, für die meisten Umsetzungen ist das Produkt bereits rein genug. Spuren von Schwefel können durch Umkristallisation aus Ethanol beseitigt werden.

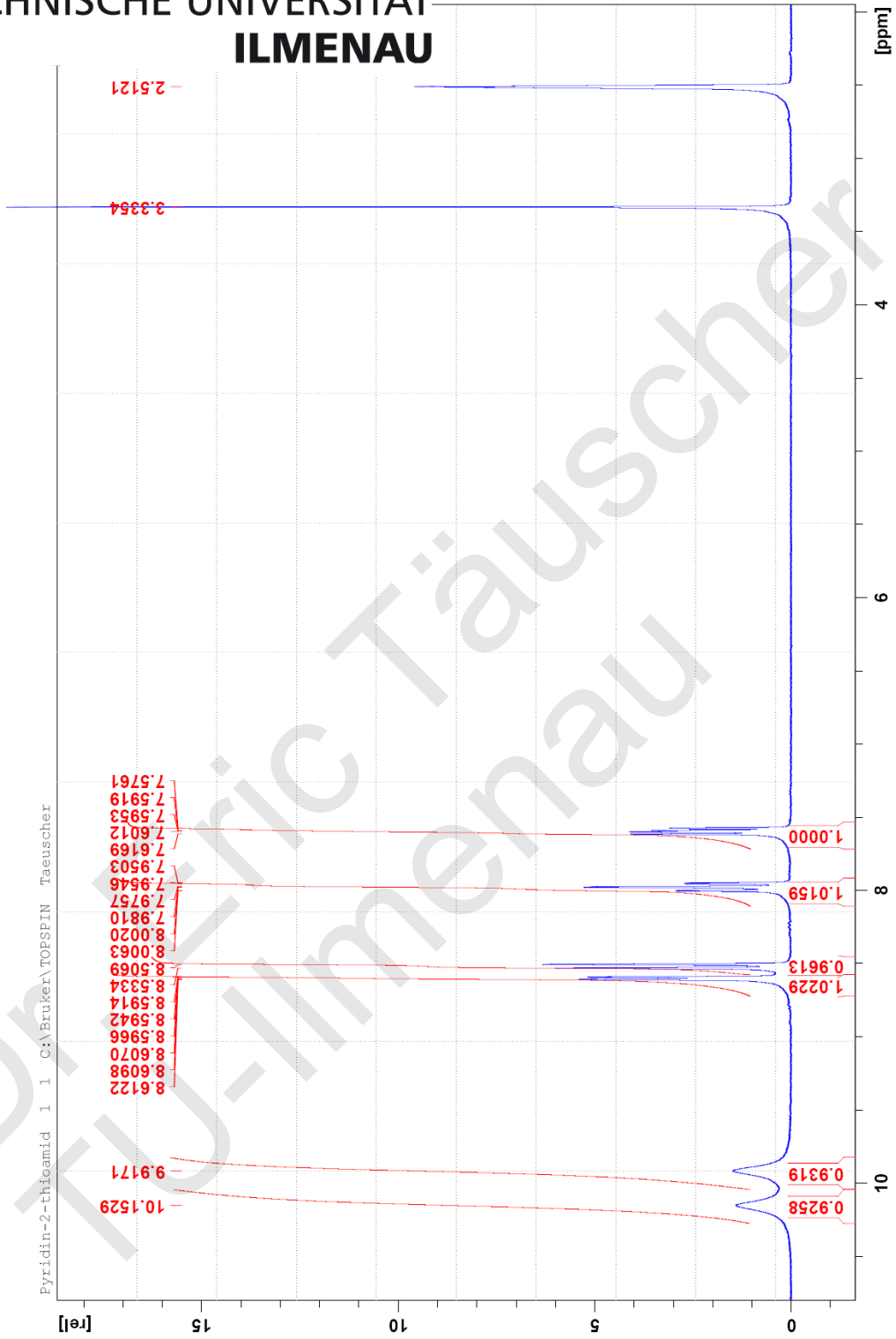
Ausbeute: 90 - 95%, <sup>1</sup>H und <sup>13</sup>C-NMR in DMSO-d<sub>6</sub>, 300 MHz (siehe unten), die Spektren stammen vom nicht umkristallisierten Rohprodukt.

<sup>1</sup> Je nach Qualität des Sulfides (z.B. H<sub>2</sub>O) kann die Menge variieren.

<sup>2</sup> Aus dem Filtrat fällt oft noch einmal eine 2. Charge Substanz von minderer Reinheit, diese sollte umkristallisiert werden.



TECHNISCHE UNIVERSITÄT  
ILMENAU





TECHNISCHE UNIVERSITÄT  
ILMENAU

