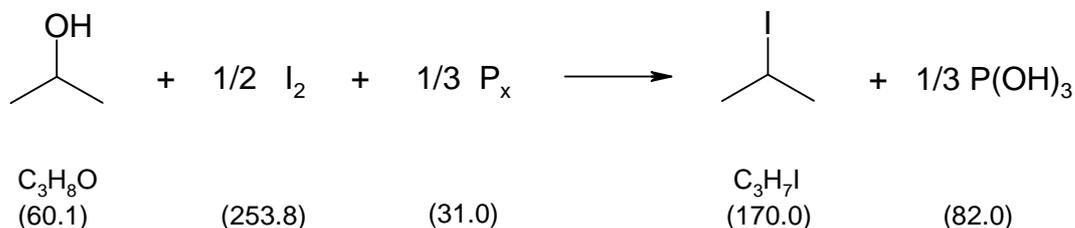


**4025 Synthese von 2-Iodpropan aus 2-Propanol****Klassifizierung****Reaktionstypen und Stoffklassen**

Nukleophile Substitution

Iodalkan, Alkohol

**Arbeitsmethoden**

Erhitzen unter Rückfluss, Rühren mit Magnetrührer, Ausschütteln, Extrahieren, Abfiltrieren, Ableiten von Gasen, Arbeiten mit Waschflaschen, Destillieren über eine Kolonne, Rektifizieren, Heizen mit Ölbad

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)****Geräte**

10 mL Rundkolben, Rückflusskühler, 3 Waschflaschen, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Scheidetrichter, Destillationsbrücke, 10 cm Vigreux-Kolonne, Ölbad

**Chemikalien**

2-Propanol (trocken) (Sdp. 82 °C)                      0.601 g (0.765 mL, 10.0 mmol)

Phosphor, rot    0.124 g (4.00 mmol)

Iod    1.29 g (5.08 mmol)

Natronlauge (0.5 M)

Molekularsieb 3Å

verd. Natriumhydrogencarbonat-Lösung

Natriumsulfat zum Trocknen

**Durchführung der Reaktion**

Der Versuch ist im Abzug durchzuführen. Die Apparatur besteht aus einem 10 mL Rundkolben mit Magnetrührstab und aufgesetztem Rückflusskühler. An den Rückflusskühler werden zwei Sicherheitswaschflaschen und eine Waschflasche, die mit 0.05 molarer Natronlauge beschickt ist, angeschlossen. Die direkt am Rückflusskühler angeschlossene Sicherheitsflasche wird mit Molekularsieb 3Å beschickt, die zwischengeschaltete Sicherheitsflasche bleibt leer.

In den Reaktionskolben werden 1.29 g (5.08 mmol) Iod, 0.124 g (4.00 mmol) roter Phosphor sowie 0.601 g (0.765 mL, 10.0 mmol) trockenes 2-Propanol gegeben. Die Reaktionsmischung wird im Ölbad unter Rühren zum Sieden gebracht und zwei Stunden unter Rückfluss erhitzt.

### Aufarbeitung

Nach beendeter Reaktion wird der Rückflusskühler durch eine Destillationsbrücke ersetzt und das Rohprodukt direkt aus der Reaktionslösung abdestilliert. Der Siedepunkt ist bei 80-90 °C zu erwarten. Das Destillat wird in einen Scheidetrichter überführt und mit verdünnter Natriumhydrogencarbonat-Lösung gewaschen. Die organische Phase wird abgetrennt und mit Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels wird das Rohprodukt zur weiteren Reinigung über eine 10 cm Vigreux-Kolonnen destilliert.

Ausbeute: 1.21 g (7.12 mmol, 71%); Sdp. 88 °C, farblose Flüssigkeit;  $n_D^{20} = 1.495$

### Anmerkungen

Die Verwendung von Molekularsieb als Trockenmittel ist zu empfehlen, da andernfalls geringere Ausbeuten erzielt werden.

Wenn im Rohprodukt noch geringe Mengen nicht umgesetztes 2-Propanol enthalten sind, ist dieses nach dem Waschvorgang nicht mehr nachweisbar.

### Abfallbehandlung

#### Recycling

Molekularsieb kann regeneriert werden.

#### Entsorgung

Abfall	Entsorgung
wässrige Phase vom Ausschütteln	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand der ersten Destillation	in Wasser lösen, mit verdünnter Natronlauge neutralisieren, dann: Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand der zweiten Destillation	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei
Inhalt der Waschflasche	Abwasser

#### Zeitbedarf

4 Stunden

#### Unterbrechungsmöglichkeit

Vor der ersten Destillation und zwischen der ersten und zweiten Destillation

#### Schwierigkeitsgrad

Leicht

## Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 100 mmol)

### Geräte

50 mL Zweihalskolben, Thielepape-Aufsatz, Rückflusskühler, 3 Waschflaschen, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Scheidetrichter, Destillationsbrücke, 10 cm Vigreux-Kolonne, Ölbad

### Chemikalien

2-Propanol (trocken) (Sdp. 82 °C)	6.01 g (7.65 mL, 100 mmol)
Phosphor, rot	1.24 g (40.0 mmol)
Iod	12.9 g (50.8 mmol)
Natronlauge (0.5 M)	
Molekularsieb 3Å	
verd. Natriumhydrogencarbonat-Lösung	
Natriumsulfat zum Trocknen	

### Durchführung der Reaktion

Der Versuch ist im Abzug durchzuführen. Die Apparatur besteht aus einem 50 mL Zweihalskolben und einem Thielepape-Aufsatz mit aufgesetztem Rückflusskühler. An den Rückflusskühler werden zwei Sicherheitswaschflaschen und eine Waschflasche, die mit 0.05 molarer Natronlauge beschickt ist, angeschlossen. Die direkt am Rückflusskühler angeschlossene Sicherheitsflasche wird mit Molekularsieb 3Å beschickt, die zwischengeschaltete Sicherheitsflasche bleibt leer. Der Thielepape-Aufsatz enthält einen Frittenboden der Porosität P-0 oder eine Extraktionshülse aus Glas mit einem Frittenboden der Porosität P-0. Alternativ kann der Thielepape-Aufsatz einen Rücklauf haben, der mit Glaswolle abgedeckt ist.

Man füllt 12.9 g (50.8 mmol) Iod in den Thielepape-Aufsatz. In den Reaktionskolben werden 1.24 g (40.0 mmol) roter Phosphor sowie 6.01 g (7.65 mL, 100 mmol) trockenes 2-Propanol gegeben und im Ölbad unter Rühren zum Sieden erhitzt. Durch den Rücklauf im Kühler wird Iod aufgelöst und kontinuierlich in die Reaktion eingetragen. Das Ölbad kann nach kurzer Zeit entfernt werden, da die entstehende Reaktionswärme die Reaktionslösung weiter am Sieden hält. Wenn die Reaktion abzuklingen beginnt, wird nochmals für 30 Minuten unter Rückfluss erhitzt.

### Aufarbeitung

Danach wird der Rücklauf des Thielepape-Aufsatzes geschlossen, und das Rohprodukt direkt aus der Reaktionslösung in den Thielepape-Aufsatz destilliert. Das Destillat wird durch den seitlichen Hahn entnommen und in einem Scheidetrichter mit verdünnter Natriumhydrogencarbonat-Lösung gewaschen. Die organische Phase wird abgetrennt und mit Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels wird das Rohprodukt zur weiteren Reinigung über eine 10 cm Vigreux-Kolonne destilliert.

Ausbeute: 14.1 g (82.9 mmol, 83%.); Sdp. 88°C, farblose Flüssigkeit;  $n_D^{20} = 1.495$

**Anmerkungen**

Die Verwendung von Molekularsieb als Trockenmittel ist zu empfehlen, da andernfalls geringere Ausbeuten erzielt werden. Es ist darauf zu achten, dass ein zügiges Leerlaufen des Thielepape-Aufsatzes gewährleistet ist.

Wenn im Rohprodukt noch geringe Mengen nicht umgesetztes 2-Propanol enthalten sind, ist dieses nach dem Waschvorgang nicht mehr nachweisbar.

**Abfallbehandlung****Recycling**

Molekularsieb kann regeneriert werden.

**Entsorgung**

Abfall	Entsorgung
wässrige Phase vom Ausschütteln	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand der ersten Destillation	in Wasser lösen, mit verdünnter Natronlauge neutralisieren, dann: Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand der zweiten Destillation	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei
Inhalt der Waschflasche	Abwasser

**Zeitbedarf**

4 Stunden

**Unterbrechungsmöglichkeit**

Vor der ersten Destillation und zwischen der ersten und zweiten Destillation

**Schwierigkeitsgrad**

Leicht

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 1 mol)****Geräte**

500 mL Zweihalskolben, Thielepape-Aufsatz, Rückflusskühler, 3 Waschflaschen, heizbarer Magnetprüher, Magnetprührstab, Scheidetrichter, Destillationsbrücke, 10 cm Vigreux-Kolonne, Ölbad

**Chemikalien**

2-Propanol (trocken) (Sdp. 82 °C)	60.1 g (76.5 mL, 1.00 mol)
Phosphor, rot	12.4 g (0.400 mol)
Iod	129 g (0.508 mol)
Natronlauge (0.5 M)	
Molekularsieb 3Å	

verd. Natriumhydrogencarbonat-Lösung  
Natriumsulfat zum Trocknen

### **Durchführung der Reaktion**

Der Versuch ist im Abzug durchzuführen. Die Apparatur besteht aus einem 500 mL Zweihalskolben und einem Thielepape-Aufsatz mit aufgesetztem Rückflusskühler. An den Rückflusskühler werden zwei Sicherheitswaschflaschen und eine Waschflasche, die mit 0.05 molarer Natronlauge beschickt ist, angeschlossen. Die direkt am Rückflusskühler angeschlossene Sicherheitsflasche wird mit Molekularsieb 3Å beschickt, die zwischengeschaltete Sicherheitsflasche bleibt leer. Der Thielepape-Aufsatz enthält einen Frittenboden der Porosität P-0 oder eine Extraktionshülse aus Glas mit einem Frittenboden der Porosität P-0. Alternativ kann der Thielepape-Aufsatz einen Rücklauf haben, der mit Glaswolle abgedeckt ist.

Man füllt 129 g (0.508 mol) Iod in den Thielepape-Aufsatz. In den Reaktionskolben werden 12.4 g (0.400 mol) roter Phosphor sowie 60.1 g (76.5 mL, 1.00 mol) trockenes 2-Propanol gegeben und im Ölbad unter Rühren zum Sieden erhitzt. Durch den Rücklauf im Kühler wird Iod aufgelöst und kontinuierlich in die Reaktion eingetragen. Das Ölbad kann nach kurzer Zeit entfernt werden, da die entstehende Reaktionswärme die Reaktionslösung weiter am Sieden hält. Wenn die Reaktion abzuklingen beginnt, wird nochmals für 30 Minuten unter Rückfluss erhitzt.

### **Aufarbeitung**

Danach wird der Rücklauf des Thielepape-Aufsatzes geschlossen, und das Rohprodukt direkt aus der Reaktionslösung in den Thielepape-Aufsatz destilliert. Das Destillat wird durch den seitlichen Hahn entnommen und in einem Scheidetrichter mit verdünnter Natriumhydrogencarbonat-Lösung gewaschen. Die organische Phase wird abgetrennt und mit Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels wird das Rohprodukt zur weiteren Reinigung über eine 10 cm Vigreux-Kolonnen destilliert.

Ausbeute: 144g (853 mmol, 85%); Sdp. 88°C, farblose Flüssigkeit;  $n_D^{20} = 1.495$

### **Anmerkungen**

Die Verwendung von Molekularsieb als Trockenmittel ist zu empfehlen, da andernfalls geringere Ausbeuten erzielt werden. Es ist darauf zu achten, dass ein zügiges Leerlaufen des Thielepape-Aufsatzes gewährleistet ist.

Im Rohprodukt können geringe Mengen nicht umgesetztes 2-Propanol nachgewiesen werden. Nach dem Waschen sind keine Nebenprodukte mehr nachweisbar.

### **Abfallbehandlung**

#### **Recycling**

Molekularsieb kann regeneriert werden.

**Entsorgung**

<b>Abfall</b>	<b>Entsorgung</b>
wässrige Phase vom Ausschütteln	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand der ersten Destillation	in Wasser lösen, mit verdünnter Natronlauge neutralisieren, dann: Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand der zweiten Destillation	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei
Inhalt der Waschflasche	Abwasser

**Zeitbedarf**

5 Stunden

**Unterbrechungsmöglichkeit**

Vor der ersten Destillation und zwischen der ersten und zweiten Destillation

**Schwierigkeitsgrad**

Leicht

**Analytik****Reaktionskontrolle**

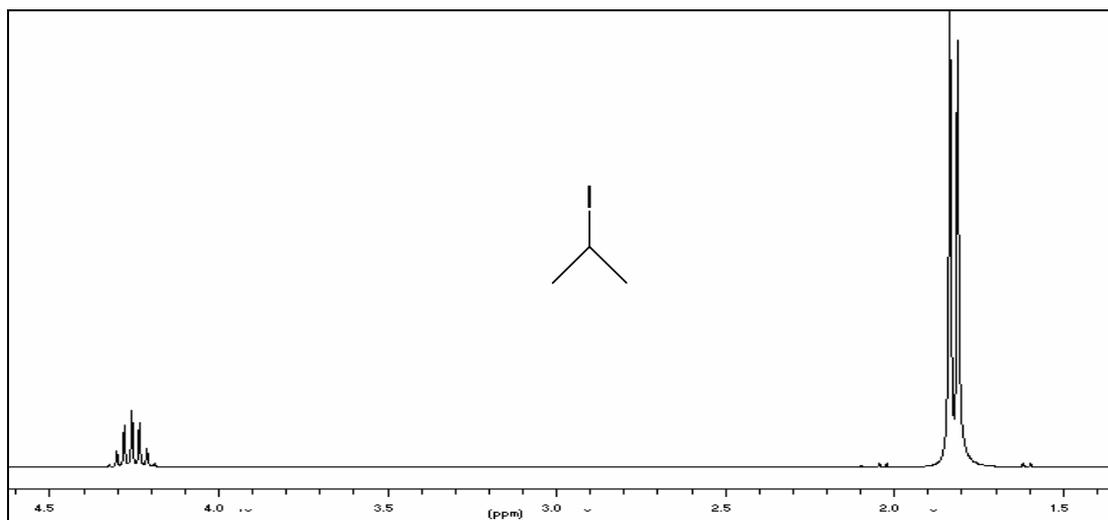
Eine Reaktionsunterbrechung zur Probenentnahme wirkt sich negativ auf die Ausbeute aus. Die Umsatzkontrolle kann jedoch durch IR-Spektroskopie erfolgen.

Probenpräparation:

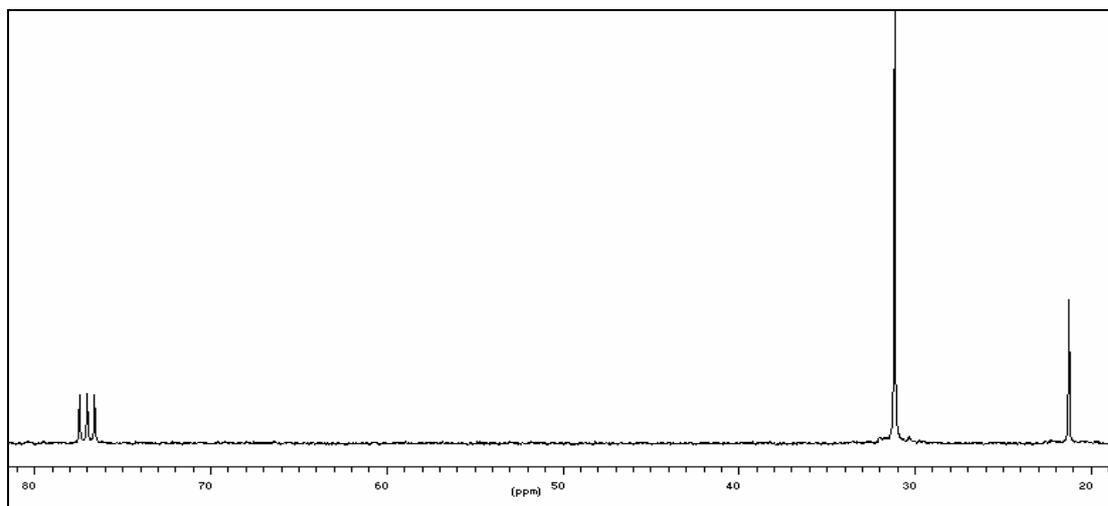
1 mL der Reaktionsmischung wird mit einer Pipette entnommen und über eine Mikrokurzweg-Destillationsapparatur ohne Kolonne destilliert. Alternativ kann über einen Umfüllbogen in einen mit Eis gekühlten Kolben destilliert werden.

Das Destillat wird unverdünnt IR-spektroskopisch untersucht.

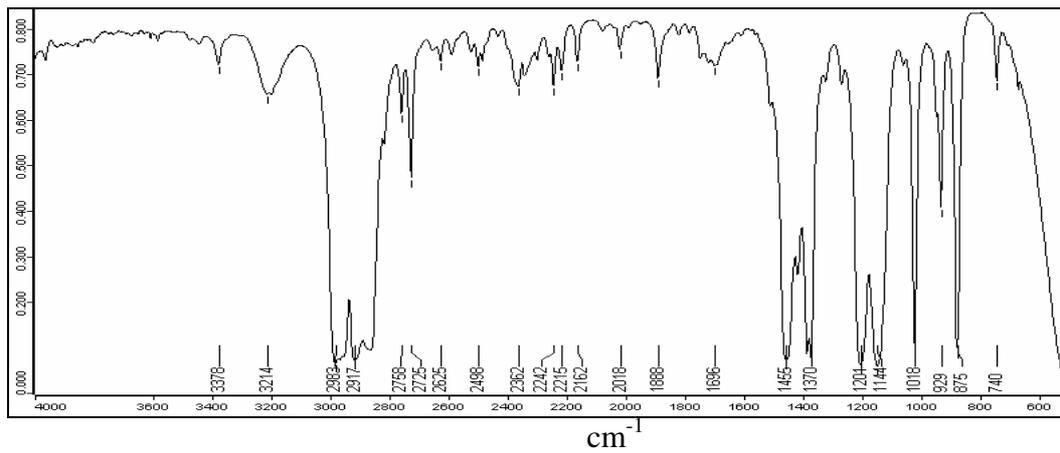
Das Verschwinden der OH-Bande bei  $\approx 3400 \text{ cm}^{-1}$  zeigt einen vollständigen Umsatz an.

**$^1\text{H}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
1.82	d	6	$\text{CH}_3$
4.26	m	1	I-CH

 **$^{13}\text{C}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Zuordnung
31.13	$\text{CH}_3$
21.23	I-CH

**IR-Spektrum vom Reinprodukt (Film)**

Wellenzahl (cm <sup>-1</sup> )	Zuordnung
2983, 2917	C-H-Valenz, Alkan
1455	C-H-Deformation
1370	C-H-Deformation, -CH <sub>3</sub> , symm.