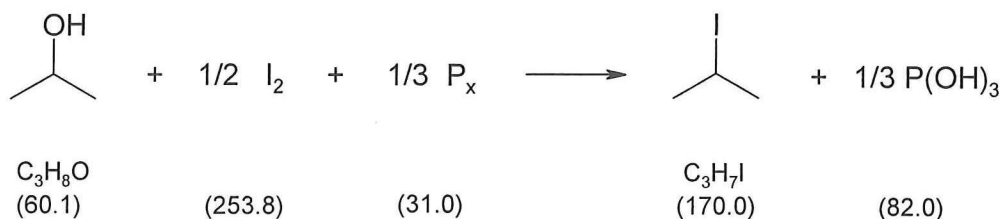


4025 Synthese von 2-Iodpropan aus 2-Propanol**Klassifizierung****Reaktionstypen und Stoffklassen**

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.

Iodpropan

NOP

<http://www.oc-praktikum.de>

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