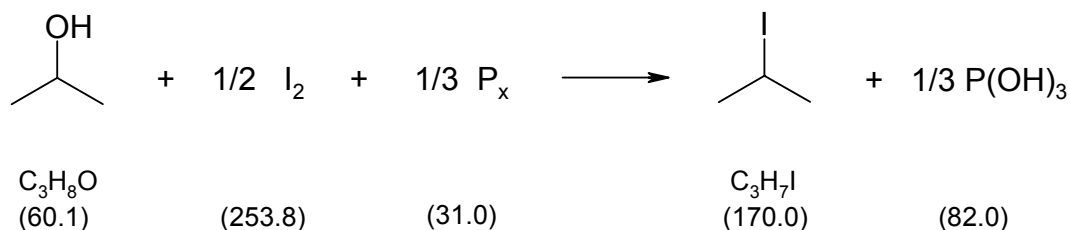


4025 Синтез 2-иодпропана из пропанола-2



Классификация

Типы реакций и классы веществ

Нуклеофильное замещение

Иодалканы, спирты

Методы работы

Нагревание с обратным холодильником, перемешивание с помощью магнитной мешалки, экстрагирование, фильтрование, продувание газов, работа с промывными склянками, перегонка на фракционирующей колонке, нагревание на масляной бане

Методика (размер загрузки 10 ммоль)

Оборудование

Круглодонная колба на 10 мл, обратный холодильник, 3 промывные склянки, магнитная мешалка с подогревом, делительная воронка, дефлегматор с холодильником, колонка Вигро на 10 см, масляная баня

Вещества

Пропанол-2 (сухой) (т.кип. 82 °С) 0,601 г (0,765 мл, 10,0 ммоль)

Красный фосфор 0,124 г (4,00 ммоль)

иод 1,29 г (5,08 ммоль)

водный раствор NaOH (0,5 М)

молекулярное сито 3Å

разбавленный водный раствор NaHCO₃

сульфат натрия для осушки

Реакция

Реакцию следует проводить в вытяжном шкафу. Прибор состоит из круглодонной колбы на 10 мл, оснащенной магнитной мешалкой и обратным холодильником. Обратный холодильник соединен с тремя последовательно соединенными промывными склянками. В первой, непосредственно соединенной с обратным холодильником,

находится молекулярное сито, вторая пустая, в третьей находится 0,05 М водный раствор гидроксида натрия.

1,29 г (5,08 ммоль) иода, 0,124 г (4,00 ммоль) красного фосфора и 0,601 г (0,765 мл, 10,0 ммоль) сухого пропанола-2 помещают в реакционную колбу. При перемешивании реакционную смесь нагревают до кипения на масляной бане и кипятят с обратным холодильником в течение двух часов.

Выделение продукта

После завершения реакции обратный холодильник заменяют на дефлегматор с холодильником и сырой продукт отгоняют непосредственно из реакционной смеси при температуре кипения 80-90°C. Отогнанный продукт помещают в делительную воронку и промывают разбавленным водным раствором гидрокарбоната натрия. Органическую фазу отделяют и сушат над сульфатом натрия. После фильтрования сырой продукт очищают пропусканием через колонку Вигро на 10 см.

Выход: 1,21 г (7,12 ммоль, 71%); т.кип. 88°C; бесцветная жидкость, $n_D^{20} = 1,495$

Комментарии

Применение молекулярного сита в качестве осушителя настоятельно рекомендуется, иначе выход будет ниже.

Если даже в сыром продукте присутствуют небольшие количества непрореагировавшего пропанола-2, после промывки они уже не определяются.

Организация сбора и удаления отходов

Повторное использование

Молекулярное сито можно регенерировать

Утилизация отходов

Отход	Тип емкости для слива
Водная фаза после экстракции	Смеси растворитель-вода, содержащие галогены
Остаток после первой перегонки	Растворить в воде, нейтрализовать разбавленным раствором NaOH, затем утилизировать как Смеси растворитель-вода, содержащие галогены
Остаток после второй перегонки	Органические растворители, содержащие галоген
Сульфат натрия	Твердые отходы, не содержащие ртути
Содержимое третьей промывной склянки	Муниципальные сточные воды

Время

4 часа

Перерыв

Перед первой перегонкой и между первой и второй перегонками

Степень сложности

Легкая

Методика (размер загрузки 100 ммоль)**Оборудование**

Круглодонная колба на 50 мл, прибор Тиелапапе, обратный холодильник, 3 промывные склянки, магнитная мешалка с подогревом, делительная воронка, дефлегматор с холодильником, колонка Вигро на 10 см, масляная баня

Вещества

Пропанол-2 (сухой) (т.кип. 82 °C) 6,01 г (7,65 мл, 100 ммоль)

Красный фосфор 1,24 г (40,0 ммоль)

иод 12,9 г (50,8 ммоль)

водный раствор NaOH (0,5 M)

молекулярное сито 3 Å

разбавленный водный раствор NaHCO₃

сульфат натрия для осушки

Реакция

Реакцию следует проводить в вытяжном шкафу. Прибор состоит из круглодонной колбы на 50 мл, оснащенной магнитной мешалкой и прибором Тиелапапе, соединенным с обратным холодильником. Обратный холодильник соединен с тремя последовательно соединенными промывными склянками. В первой, непосредственно соединенной с обратным холодильником, находится молекулярное сито, вторая пустая, в третьей находится 0,05 M водный раствор гидроксида натрия. Прибор Тиелапапе имеет на дне решетку, обладающую пористостью P-0, или коническое стеклянное приспособление для фильтрования, с решеткой на дне, имеющей пористость P-0. Вместо прибора Тиелапапе можно использовать устройство для кипячения с обратным холодильником, покрытое стеклянной ватой.

6,01 г (7,65 мл, 100 ммоль) иода переносят в прибор Тиелапапе. 1,24 г (40,0 ммоль) красного фосфора и 6,01 г (7,65 мл, 100 ммоль) сухого пропанола-2 помещают в реакционную колбу. При перемешивании реакционную смесь нагревают до кипения на масляной бане. При испарении растворителя иод в обратном холодильнике растворяется и непрерывно поступает в реакционную смесь. Масляную баню можно после некоторого короткого времени удалить, поскольку выделение тепла в процессе

реакции вызывает кипение без дополнительного нагревания. Когда реакция закончится, смесь кипятят с обратным холодильником в течение еще 30 минут.

Выделение продукта

На этой стадии закрывают поступление паров в прибор Тиелапапе, и сырой продукт отгоняют непосредственно из реакционной смеси в прибор Тиелапапе. Перегнанный продукт из прибора Тиелапапе и переносят в делительную воронку. Его промывают разбавленным водным раствором гидрокарбоната натрия. Органическую фазу отделяют и сушат над сульфатом натрия. После фильтрования сырой продукт очищают пропусканием через колонку Вигро на 10 см.

Выход: 14,1 г (82,9 ммоль, 83%); т.кип. 88°C; бесцветная жидкость, $n_D^{20} = 1,495$

Комментарии

Применение молекулярного сита в качестве осушителя настоятельно рекомендуется, иначе выход будет ниже.

Если даже в сыром продукте присутствуют небольшие количества непрореагировавшего пропанола-2, после промывки они уже не определяются.

Организация сбора и удаления отходов

Повторное использование

Молекулярное сито можно регенерировать

Утилизация отходов

Отход	Тип емкости для слива
Водная фаза после экстракции	Смеси растворитель-вода, содержащие галогены
Остаток после первой перегонки	Растворить в воде, нейтрализовать разбавленным раствором NaOH, затем утилизировать как Смеси растворитель-вода, содержащие галогены
Остаток после второй перегонки	Органические растворители, содержащие галоген
Сульфат натрия	Твердые отходы, не содержащие ртути
Содержимое третьей промывной склянки	Муниципальные сточные воды

Время

4 часа

Перерыв

Перед первой перегонкой и между первой и второй перегонками

Степень сложности

Легкая

Методика (размер загрузки 1 моль)

Оборудование

Круглодонная двугорлая колба на 500 мл, прибор Тиелапапе, обратный холодильник, 3 промывные склянки, магнитная мешалка с подогревом, делительная воронка, дефлегматор с холодильником, колонка Вигро на 10 см, масляная баня

Вещества

Пропанол-2 (сухой) (т.кип. 82 °C)	60,1 г (76,5 мл, 1,00 моль)
Красный фосфор	12,4 г (0,400 моль)
иод	129 г (0,508 моль)
водный раствор NaOH (0,5 M)	
молекулярное сито 3Å	
разбавленный водный раствор NaHCO ₃	
сульфат натрия для осушки	

Реакция

Реакцию следует проводить в вытяжном шкафу. Прибор состоит из круглодонной двугорлой колбы на 500 мл, оснащенной магнитной мешалкой и прибором Тиелапапе, соединенным с обратным холодильником. Обратный холодильник соединен с тремя последовательно соединенными промывными склянками. В первой, непосредственно соединенной с обратным холодильником, находится молекулярное сито, вторая пустая, в третьей находится 0,05 M водный раствор гидроксида натрия. Прибор Тиелапапе имеет на дне решетку, обладающую пористостью P-0, или коническое стеклянное приспособление для фильтрования, с решеткой на дне, имеющей пористость P-0. Вместо прибора Тиелапапе можно использовать устройство для кипячения с обратным холодильником, покрытое стеклянной ватой.

29 г (0,508 моль) иода переносят в прибор Тиелапапе. 12,4 г (0,400 моль) красного фосфора и 60,1 г (76,5 мл, 1,00 моль) сухого пропанола-2 помещают в реакционную колбу. При перемешивании реакционную смесь нагревают до кипения на масляной бане. При испарении растворителя иод в обратном холодильнике растворяется и непрерывно поступает в реакционную смесь. Масляную баню можно после некоторого короткого времени удалить, поскольку выделение тепла в процессе реакции вызывает кипение без дополнительного нагревания. Когда реакция закончится, смесь кипятят с обратным холодильником в течение еще 30 минут.

Выделение продукта

На этой стадии закрывают поступление паров в прибор Тиелапапе, и сырой продукт отгоняют непосредственно из реакционной смеси в прибор Тиелапапе. Перегнанный продукт из прибора Тиелапапе и переносят в делительную воронку. Его промывают разбавленным водным раствором гидрокарбоната натрия. Органическую фазу отделяют и сушат над сульфатом натрия. После фильтрования сырой продукт очищают пропусканием через колонку Вигро на 10 см.

Выход: 144 г (853 ммоль, 85%); т.кип. 88°C; бесцветная жидкость, $n_D^{20} = 1,495$

Комментарии

Применение молекулярного сита в качестве осушителя настоятельно рекомендуется, иначе выход будет ниже.

Если даже в сыром продукте присутствуют небольшие количества непрореагировавшего пропанола-2, после промывки они уже не определяются.

Организация сбора и удаления отходов

Повторное использование

Молекулярное сито можно регенерировать

Утилизация отходов

Отход	Тип емкости для слива
Водная фаза после экстракции	Смеси растворитель-вода, содержащие галогены
Остаток после первой перегонки	Растворить в воде, нейтрализовать разбавленным раствором NaOH, затем утилизировать как Смеси растворитель-вода, содержащие галогены
Остаток после второй перегонки	Органические растворители, содержащие галоген
Сульфат натрия	Твердые отходы, не содержащие ртути
Содержимое третьей промывной склянки	Муниципальные сточные воды

Время

5 часов

Перерыв

Перед первой перегонкой и между первой и второй перегонками

Степень сложности

Легкая

Анализ

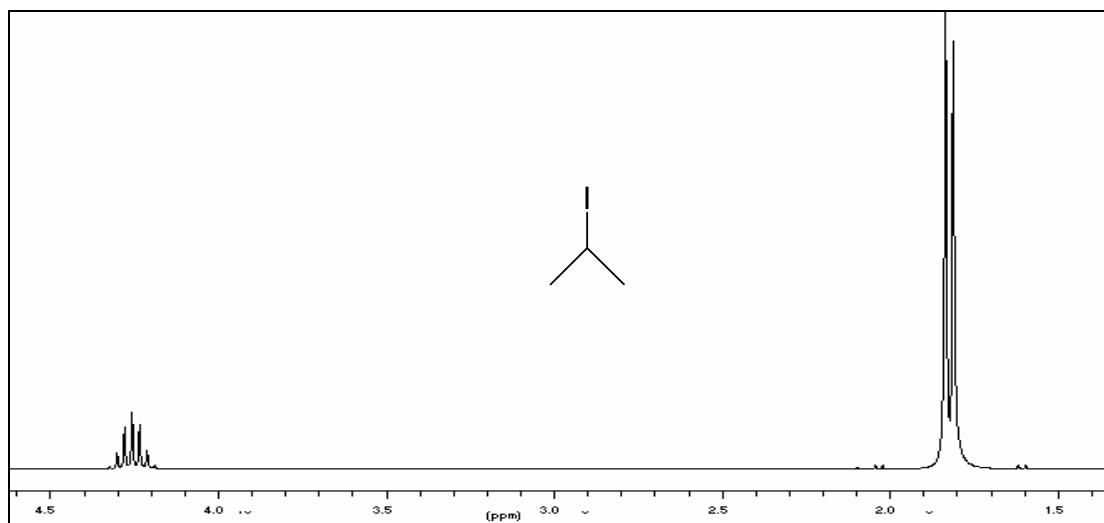
Мониторинг реакции

Остановка реакции для отбора проб снижает конечный выход! Мониторинг реакции можно осуществлять посредством ИК-спектроскопии.

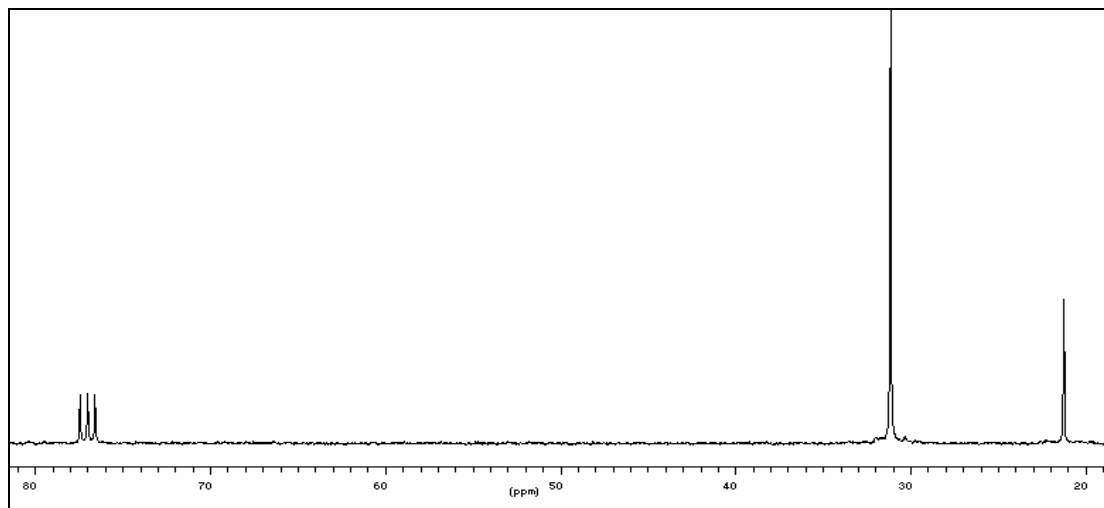
Подготовка пробы:

1 мл реакционной смеси отбирают пипеткой и перегоняют на микроперегонном аппарате. Перегнанный продукт применяют для ИК спектроскопии без растворителя.

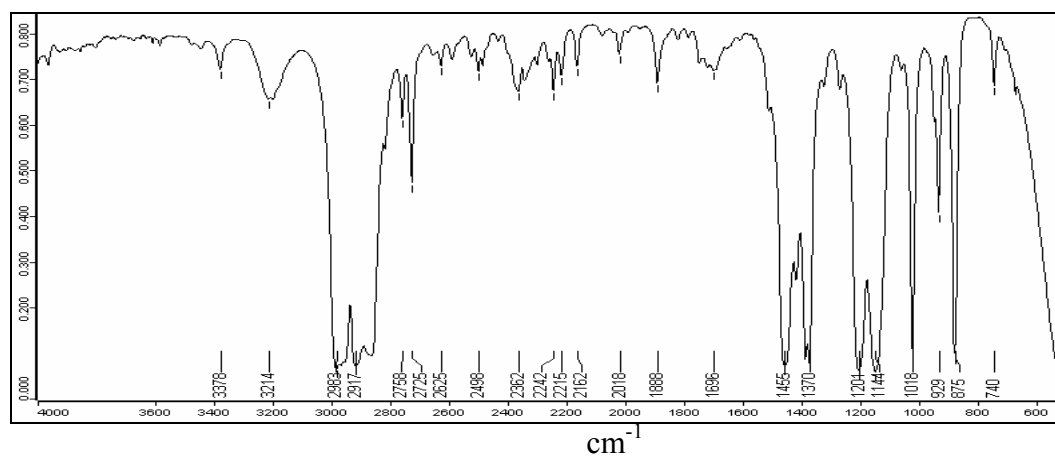
Исчезновение полосы OH при $\nu \approx 3400 \text{ см}^{-1}$ является признаком завершения реакции

^1H ЯМР спектр очищенного продукта (500 МГц, CDCl_3)

δ (ppm)	Мультиплетность	Число H	Отнесение
1,82	d	6	CH_3
4,26	m	1	I-CH

 ^{13}C ЯМР спектр очищенного продукта (75,5 МГц, CDCl_3)

δ (ppm)	Assignment
31,13	CH_3
21,23	I-CH

ИК спектр очищенного продукта (пленка)

(cm^{-1})	Отнесение
2983, 2917	C-H-связь, алкан
1455	C-H-деформационные колебания
1370	C-H-деформационные колебания, - CH ₃ симм.