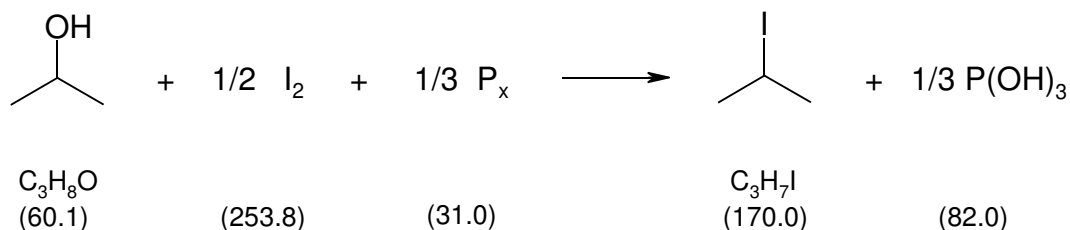


4025 Síntesis de 2-yodopropano a partir de 2-propanol



Clasificación

Tipos de reacción y clases de productos

sustitución nucleófila
yodoalcano, alcohol

Métodos o técnicas de trabajo

calefacción a reflujo, agitación con barra de agitación magnética, agitación, extracción, filtración, salida de gases, trabajo con frascos lavadores, destilación con columna de fraccionamiento, calefacción con baño de aceite

Instrucciones (escala 10 mmol)

Equipo

matraz de fondo redondo de 10 mL, refrigerante de reflujo, 3 frascos lavadores, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, embudo de separación, puente de destilación, columna Vigreux de 10 cm, baño de aceite

Productos

2-propanol (seco) (p eb 82 °C)	0,601 g (0,765 mL, 10,0 mmol)
fósforo, rojo	0,124 g (4,00 mmol)
yodo	1,29 g (5,08 mmol)
disolución acuosa de NaOH (0,5 M)	
tamiz molecular 3Å	
disolución acuosa diluida de NaHCO ₃	
sulfato sódico para secar	

Reacción

El proceso debe llevarse a cabo en vitrina. El montaje de la reacción consisten en un matraz de fondo redondo de 10 mL provisto de barra de agitación magnética y refrigerante de reflujo. El refrigerante de reflujo se conecta en serie a tres frascos lavadores. El primero, directamente unido al refrigerante de reflujo, se llena con tamiz molecular, el segundo se deja vacío, el tercero contiene una disolución acuosa de hidróxido sódico 0,05 M.

Se añaden al matraz de reacción 1,29 g (5,08 mmol) de yodo, 0,124 g (4,00 mmol) de fósforo rojo y 0,601 g (0,765 mL, 10.0 mmol) de 2-propanol seco. Se calienta a reflujo la mezcla de reacción en baño de aceite con agitación durante dos horas.

Elaboración

Finalizada la reacción, el refrigerante de reflujo se sustituye por un puente de destilación y el producto bruto se destila directamente de la mezcla de reacción a una temperatura de ebullición de 80-90 °C. El producto destilado se transfiere a un embudo de separación y se lava con disolución acuosa diluida de NaHCO₃. La fase orgánica se separa y se seca sobre sulfato sódico. Después de filtrado, el producto bruto se destila con una columna Vigreux de 10 cm.

Rendimiento: 1,21 g (7,12 mmol, 71%); p eb 88 °C, líquido incoloro; $n_D^{20} = 1.495$

Comentarios

Se recomienda el uso de tamiz molecular como desecante, de lo contrario el rendimiento es menor.

Si existen pequeñas cantidades de 2-propanol sin reaccionar en el producto bruto, no pueden detectarse después del proceso de lavado.

Manejo de residuos

Reciclado

El tamiz molecular puede regenerarse.

Eliminación de residuos

Resíduo	Eliminación
fase acuosa de la extracción	mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de la primera destilación	disolver en agua, neutralizar con NaOH diluido, luego: mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de la segunda destilación	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio
contenidos del tercer frasco lavador	resíduos acuosos domésticos

Tiempo

4 horas

Pausa

Antes de la primera destilación y entre la primera y la segunda destilaciones

Grado de dificultad

Fácil

Instrucciones (escala 100 mmol)

Equipo

matraz de dos bocas de 50 mL, aparato Thielepape, refrigerante de reflujo, 3 frascos lavadores, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, embudo de separación, puente de destilación, columna Vigreux de 10 cm, baño de aceite

Productos

2-propanol (seco) (p eb 82 °C)	6,01 g (7,65 mL, 100 mmol)
fósforo, rojo	1,24 g (40,0 mmol)
yodo	12,9 g (50,8 mmol)
disolución acuosa de NaOH (0,5 M)	
tamiz molecular 3Å	
disolución acuosa diluida de NaHCO ₃	
sulfato sódico para secar	

Reacción

El proceso debe llevarse a cabo en vitrina. El montaje de la reacción consisten en un matraz de fondo redondo de 50 mL provisto de barra de agitación magnética y encima un aparato Thielepape combinado con un refrigerante de reflujo. El refrigerante de reflujo se conecta en serie a tres frascos lavadores. El primero, directamente unido al refrigerante de reflujo, se llena con tamiz molecular, el segundo se deja vacío, el tercero contiene una disolución acuosa de hidróxido sódico 0,05 M. El aparato Thielepape tiene una base de placa filtrante de vidrio de porosidad P-0. Como alternativa, el aparato Thielepape puede tener un sistema de reflujo, que se recubre de lana de vidrio.

Se pasan al aparato Thielepape 12,9 g (50,8 mmol) de yodo. Se añaden al matraz de reacción, 1,24 g (40,0 mmol) de fósforo rojo y 6,01 g (7,65 mL, 100 mmol) de 2-propanol seco. Se calienta a reflujo la mezcla de reacción en baño de aceite con agitación. Al refluir el disolvente el yodo del refrigerante de reflujo se disuelve y se añade continuamente a la mezcla de reacción. El baño de aceite puede retirarse después de un cierto tiempo, dado que la liberación de calor durante la reacción exotérmica mantiene el reflujo sin calefacción adicional. Cuando finaliza la reacción se refluje la mezcla durante otros 30 minutos.

Elaboración

En este punto se cierra el reflujo en el aparato Thielepape y el producto bruto se destila directamente en el aparato Thielepape. El producto destilado se saca del aparato y se transfiere a un embudo de separación. Se lava con disolución acuosa diluida de NaHCO₃. La fase orgánica se separa y se seca sobre sulfato sódico. Después de filtrado el agente desecante, el producto bruto se destila con una columna Vigreux de 10 cm.

Rendimiento: 14,1 g (82,9 mmol, 83%); p eb 88 °C, líquido incoloro; $n_D^{20} = 1.495$

Comentarios

Se recomienda el uso de tamiz molecular como desecante, de lo contrario el rendimiento es menor. La transferencia de disolvente a través del aparato Thielepape debe ser rápida.

Si existen pequeñas cantidades de 2-propanol sin reaccionar en el producto bruto, no pueden detectarse después del proceso de lavado.

Manejo de residuos

Reciclado

El tamiz molecular puede regenerarse.

Eliminación de residuos

Residuo	Eliminación
fase acuosa de la extracción	mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
residuo de la primera destilación	disolver en agua, neutralizar con NaOH diluido, luego: mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
residuo de la segunda destilación	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos
sulfato sódico	residuos sólidos, libres de mercurio
contenidos del tercer frasco lavador	residuos acuosos domésticos

Tiempo

4 horas

Pausa

Antes de la primera destilación y entre la primera y la segunda destilaciones

Grado de dificultad

Fácil

Instrucciones (escala 1 mol)

Equipo

matraz de dos bocas de 500 mL, aparato Thielepape, refrigerante de reflujo, 3 frascos lavadores, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, embudo de separación, puente de destilación, columna Vigreux de 10 cm, baño de aceite

Productos

2-propanol (seco) (p eb 82 °C)	60,1 g (76,5 mL, 1,00 mol)
fósforo, rojo	12,4 g (0,400 mol)
yodo	129 g (0,508 mol)
disolución acuosa de NaOH (0,5 M)	
tamiz molecular 3Å	
disolución acuosa diluida de NaHCO ₃	
sulfato sódico para secar	

Reacción

El proceso debe llevarse a cabo en vitrina. El montaje de la reacción consisten en un matraz de fondo redondo de 500 mL provisto de barra de agitación magnética y encima un aparato Thielepape combinado con un refrigerante de reflujo. El refrigerante de reflujo se conecta en serie a tres frascos lavadores. El primero, directamente unido al refrigerante de reflujo, se llena con tamiz molecular, el segundo se deja vacío, el tercero contiene una disolución acuosa de hidróxido sódico 0,05 M. El aparato Thielepape tiene una base de placa filtrante de vidrio de porosidad P-0. Como alternativa, el aparato Thielepape puede tener un sistema de reflujo, que se recubre de lana de vidrio.

Se pasan al aparato Thielepape 129 g (0,508 mol) de yodo. Se añaden al matraz de reacción, 12,4 g (0,400 mol) de fósforo rojo y 60,1 g (76,5 mL, 1,00 mol) de 2-propanol seco. Se calienta a reflujo la mezcla de reacción en baño de aceite con agitación. Al refluir el disolvente el yodo del refrigerante de reflujo se disuelve y se añade continuamente a la mezcla de reacción. El baño de aceite puede retirarse después de un cierto tiempo, dado que la liberación de calor durante la reacción exotérmica mantiene el reflujo sin calefacción adicional. Cuando finaliza la reacción se refluje la mezcla durante otros 30 minutos.

Elaboración

En este punto se cierra el reflujo en el aparato Thielepape y el producto bruto se destila directamente en el aparato Thielepape. El producto destilado se saca del aparato y se transfiere a un embudo de separación. Se lava con disolución acuosa diluida de NaHCO₃. La fase orgánica se separa y se seca sobre sulfato sódico. Después de filtrado el agente desecante, el producto bruto se destila con una columna Vigreux de 10 cm.

Rendimiento: 144 g (853 mmol, 85%); p eb 88 °C, líquido incoloro; $n_D^{20} = 1.495$

Comentarios

Se recomienda el uso de tamiz molecular como desecante, de lo contrario el rendimiento es menor. La transferencia de disolvente a través del aparato Thielepape debe ser rápida.

Si existen pequeñas cantidades de 2-propanol sin reaccionar en el producto bruto, no pueden detectarse después del proceso de lavado.

Manejo de residuos**Reciclado**

El tamiz molecular puede regenerarse.

Eliminación de residuos

Resíduo	Eliminación
fase acuosa de la extracción	mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de la primera destilación	disolver en agua, neutralizar con NaOH diluido, luego: mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de la segunda destilación	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio

contenidos del tercer frasco lavador	resíduos acuosos domésticosr
--------------------------------------	------------------------------

Tiempo

5 horas

Pausa

Antes de la primera destilación y entre la primera y la segunda destilaciones

Grado de dificultad

Fácil

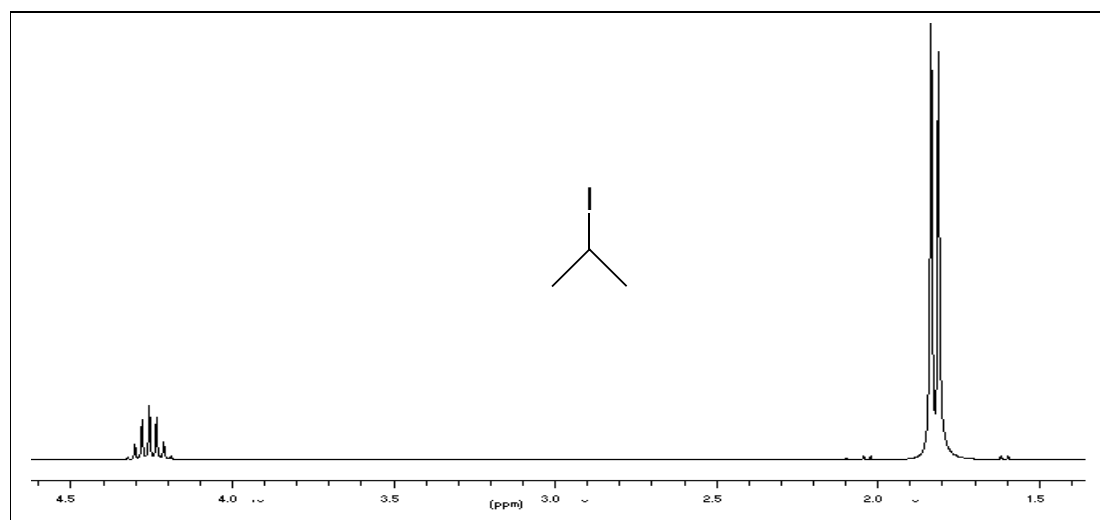
Analíticas**Monitorización de la reacción**

¡Parar la reacción y tomar muestras disminuye el rendimiento final! La monitorización de la reacción puede llevarse a cabo por espectroscopía IR.

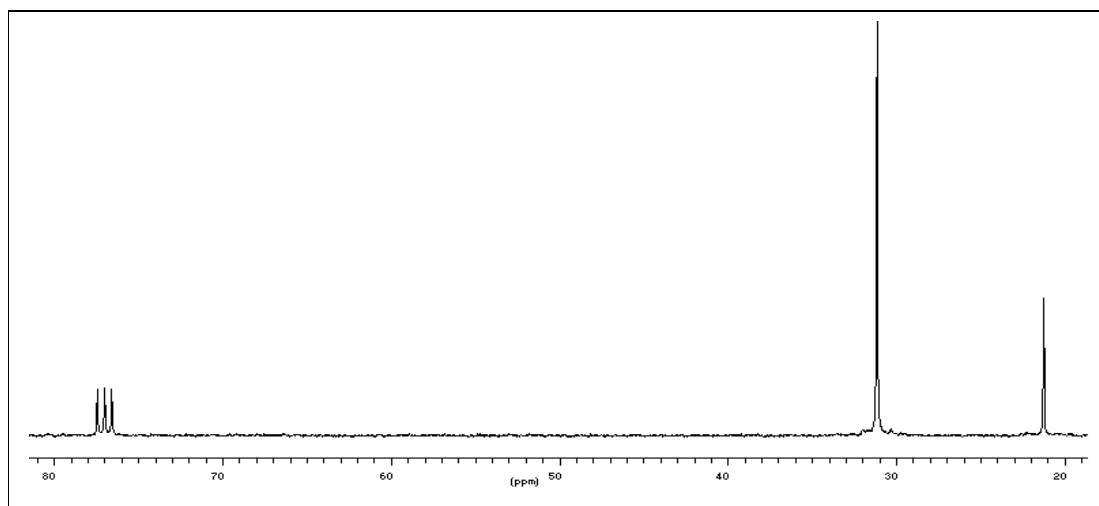
Preparación de muestras:

Se coge 1 mL de la mezcla de reacción con una pipeta y se destila con un aparato de microdestilación. El producto destilado se emplea directamente para la espectroscopía IR sin disolventeo.

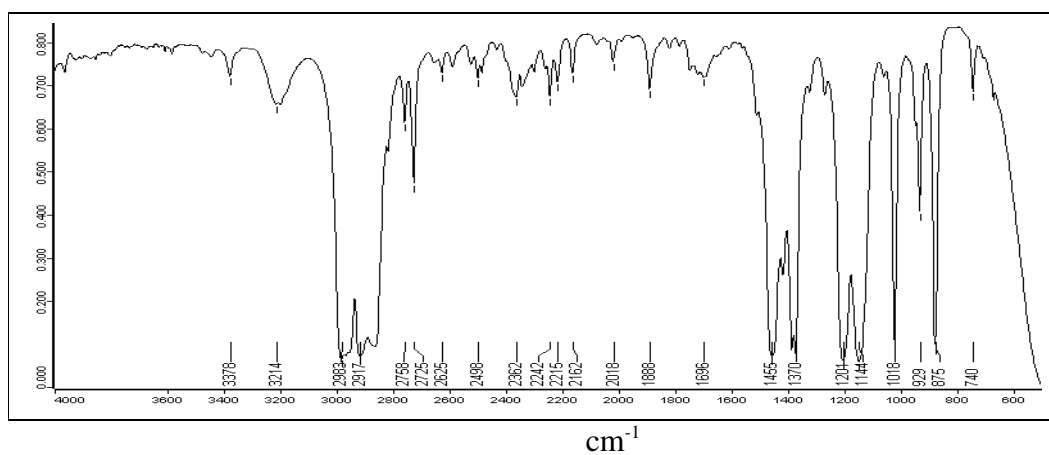
La desaparición de la banda de OH a $\approx 3400\text{ cm}^{-1}$ es indicativo de la finalización de la reacción

Espectro ^1H NMR del producto puro (500 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Multiplicidad	Número de H	Asignación
1,82	d	6	CH_3
4,26	m	1	I-CH

Espectro ^{13}C NMR del producto puro (75,5 MHz, CDCl_3)

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

Espectro IR del producto puro (film)

(cm^{-1})	Asignación
2983, 2917	tensión C-H, alcano
1455	deformación C-H
1370	deformación C-H, $-\text{CH}_3$ sim.