

Synthese von Methyliodid aus Methanol, Kaliumiodid und rotem Phosphor mit Schwefelsäure

Geräte:

5 Liter Reaktor mit Presto LH 85, KPG Rührer, Tropftrichter, Thermosonde, Rückflusskühler, Absteigenderkühler, Kryostat

Chemikalien:

Kaliumiodid
Methanol (F, T)
roter Phosphor (F, N)
Schwefelsäure 50% (C)

Methyliodid (T)

Hinweis:

Achtung! Dieses Produkt ist neurotoxisch und carcinogen!

Durchführung:

01.10.15

Im Reaktor wurden 1000 g Kaliumiodid, 1400 g Methanol und 10 g roter Phosphor vorgelegt und 1600 g Schwefelsäure in einen Tropftrichter gefüllt. Die Mischung aus Wasser und KI kühlt bis auf -1°C ab. Das Gemisch wird über Nacht stehengelassen.

02.10.15

11:15 Heize auf 55°C , dabei löst sich das restliche KI auf

13:00 Heize auf 65°C , tröpfle langsam die Schwefelsäure dazu. Bei 55°C ganz schwache Reaktion, es ist keine Reaktion erkennbar.

14:05 Ruhige Reaktion

14:55 Rückflusskühler durch absteigenden ersetzt. Dabei bemerkt dass ein Stopfen nicht fest war.

17:25 Da MeOH mit abdest wird die Temp. auf 55°C zurückgestellt. N20D 1.3870 Geruch nach H_2S und Alkylhalogenid

18:15 55°C erreicht

21:15 Produkt dest kontinuierlich ab 42°C Kopftemp. Klar farblos.

03.10.15

00:15 alle Säure zugegeben

08:00 destilliert nur langsam es gingen ca. 100ml über. 2-Phasen haben sich in der Reaktionsmischung gebildet.

16:10 stelle Innentemperatur auf 60°C Kopf 38°C

16:30 Kühler wird mit Kryostat auf -20°C gekühlt Kopf 45°C

18:30 Heize auf 70°C

19:35 Stelle auf 75°C es destilliert sehr langsam.

20:10 Produktemperatur 75°C , Kopftemp. 70°C es dest nun besser, aber ein anderes Produkt geht über,

2 getrocknet.

395g Rohprodukt wurden erhalten.

21.11.15

10:37 Laut RFA sind noch 17% Iod im Sumpf enthalten darum wurden nochmals 800 g 50% Schwefelsäure zugegeben bei Innentemperatur 64°C

16:34 gebe nochmals 391 g MeOH zu, weil wenig Produkt übergeht. Temp. steigt auf Kopftemp. 48°C

21:50 Alle Säure zugegeben.

22.11.15

10:30 Es gingen nochmals 177 g MeJ über, so dass nun 572,3 g Rohausbeute erhalten wurden.

11:00 gebe 1 l Wasser in den Reaktor, damit ausgefallene Salze gelöst werden und der Füllstand höher wird, was das Abdestillieren erleichtert.

11:15 Es dest wesentlich mehr ab und alle Salze sind gelöst.

13:31 es geht kein Destillat mehr über.

28.11.15

16:11 Der Reaktor wird auf 70°C erhitzt, da noch 3% Iod enthalten sind im Sumpf. Eine kleine Probe aus dem Reaktor gemischt mit Wasser zeigte keine Phasenbildung, dies kann eventuell durch den PH möglich sein.

18:54 Es konnte noch 12,5 g Produkt erhalten werden. Nach dem Reinigen und abrotieren von dem Produkt sind nun im Ganzen 460,6 g reines MeI erhalten worden das mit 0.2 g Kupferpulver stabilisiert wurde. Im Roti Kolben ist ein höhersiedendes Produkt zurück geblieben. Das Ölbad wurde mit 60°C geheizt. Der Geruch wurde wesentlich besser fast so wie von Dichlormethan.

Leider sind durch die Reinigung und das Abrotieren Verluste entstanden, so dass nun eine Ausbeute von 460,6 g reinem Produkt erhalten wurde. Da am Anfang ein Schliiffstopfen nicht ganz dicht war ist auch da ein Verlust entstanden.

Ausbeute: 460,6 g (46,6 % der Theorie)

Entsorgung:

Der Rückstand wird filtriert um den Phosphor zurückzugewinnen, er kann für die selbe Reaktion wieder verwendet werden. Das Filtrat wird zum Sondermüll gegeben, wo es verbrannt wird. Es sind noch 2,6 % Iod enthalten.

Reaktionsgleichung:



Eigenschaften und Physikalische Daten:

Molecular Weight: 141.94

vapor density 4.89 (vs air)

vapor pressure 24.09 psi (55 °C) 7.89 psi (20 °C)

assay 99.5%

contains copper as stabilizer

refractive index n_{20/D} 1.531(lit.)

bp 41-43 °C(lit.)

mp 64(lit.)

density 2.28 g/mL at 25 °C(lit.)

storage temp. 2-8°C

Artikel im Web: <http://illumina-chemie.de/synthese-von-methyljodid-t4108.html>