

Синтез йодистоводородной кислоты

из йодида калия и ортофосфорной кислоты



Реактивы

№	Наименование	М (моль)	m (г.)	d (г/мл)	V (мл)
1.	Калия йодид «хч»	1,00	166	-	-
2.	Ортофосфорная кислота «ч» 85% р-р	1,18	136	1,70	80
3.	Натрия гипофосфит 1-водный «чда»	-	0,5	-	-

Ход синтеза

(Работа проводится под тягой в аппарате на шлифах (примечание 1))

В круглодонную колбу на 250 мл (1) помещаем 166,0 г KJ "хч" и приливаем туда же 80мл ортофосфорной кислоты "ч" (d=1,7г/мл 85%) (примечание 2). Колбу ставим в колбонагреватель (7), соединяем насадкой Вюрца (2), верхний конец которой закрыт стеклянной пробкой, с прямым холодильником Либиха (3) и аллонжем (4), который соответственно соединяется с колбой Эрленмейера на 250 мл (5), используемой в качестве приемника. В колбу-приемник наливаем 50 мл дистиллированной воды (примечание 3) и устанавливаем на магнитную мешалку (6). Вода используется для поглощения выделяющегося йодистого водорода.



Нагреваем реакционную массу до кипения. Сначала перегоняется водный раствор HI. Затем содержимое реакционной колбы становится вязким и выделяется газообразный HI, который растворяется в воде с выделением тепла и появлением кислотного «тумана» в колбе-приемнике (см. рисунок 2).



Приемник можно не охлаждать при данных нагрузках, главное интенсивно перемешивать (*примечание 4*). Прекращаем реакцию, когда в перегонной колбе прекратится выделение газа, а реакционная масса не превратится в прозрачный однородный расплав. При этом над этим расплавом появляются слабо-фиолетовые пары йода за счет термического разложения остатков йодоводорода.

Жидкость в колбе-приемнике охлаждаем до комнатной температуры. Получаем 122 мл темно-коричневой, дымящей жидкости плотностью 1,67 г/мл, что соответствует 57%-ному раствору HI и содержит 117,2г растворенного йодоводорода.

Выход 203,7г 57%-ного раствора (91,6% в пересчете на KI).

Далее, полученную сырую кислоту очищаем от примеси йода. Для этого к жидкости добавляем 0,5г кристаллического гипофосфита натрия "чда" $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и ставим на магнитную мешалку на 2-3 часа. При этом цвет жидкости становится светло-соломенно-желтым. После этого

перегоняем (*примечание 5*), собирая азеотроп с $t_{\text{кип.}}=126-127^\circ\text{C}$. Причем 95% жидкости кипит при температуре $126,5-127^\circ\text{C}$. Осторожно, выделяется ядовитый фосфин!

Выход после первой перегонки 193,5г 57%-ного раствора (86,2% в пересчете на KI).

Для очистки от примеси растворенного фосфина перегоняем дистиллят повторно (*примечание 6*), собирая фракцию $t_{\text{кип.}}=126,5-127^\circ\text{C}$. Получается 113 мл бесцветной, тяжелой, сильно преломляющей свет жидкости, дымящей на воздухе. Такая кислота мгновенно желтеет даже от попадания пыли. Поэтому для хранения ее разбавляем бидистиллятом до концентрации 47%. Храним в темной бутылке без доступа света.

Выход после второй перегонки 188,7г 57%-ного раствора (84,1% в пересчете на KI).

Общие свойства

Водный раствор йодистого водорода – бесцветная жидкость с резким удушливым запахом и дымящая во влажном воздухе. Постепенно окисляется до свободного йода, окрашиваясь в бурый цвет. При 0°C можно приготовить 90% раствор йодистого водорода. При нагревании до 40°C (энергичнее при 55°C) из раствора выделяется HI и остается постоянно кипящий при 127°C гидрат ($d=1,7$ г/мл), содержащий около 57% HI .

Йодистоводородная кислота в концентрациях выше 40% обжигающе действует на кожу. Кроме этого попадая на органические материалы, такие как ткани, бумагу она оставляет после себя бурые пятна свободного йода и прожигает их.

Примечания

1. При больших, чем описано в данной работе загрузках, все шлифы нужно уплотнять ФУМ-лентой для предотвращения утечки HJ.
2. Проводился эксперимент со стехиометрическим соотношением компонентов реакционной смеси, т.е. 1 моль KJ на 1 моль ортофосфорной кислоты. При этом выход сырой HJ-кислоты получился значительно меньше (~70%), чем при соотношении 1:1,2. Опытным путем установлено, что именно соотношение 1 моль KJ на 1,2 моля H_3PO_4 является оптимальным, позволяющим получать постоянно кипящую азеотропную кислоту. Кроме этого при молярном соотношении исходных компонентов 1:1 по завершении процесса, реакционная масса превращается в совершенно не растворимое в воде и не извлекаемое из колбы стекло. Колбу приходится утилизировать. При соотношении компонентов, описанном в данном синтезе, реакционная масса прекрасно растворяется в кипящей воде (еще успешнее в горячей разбавленной серной кислоте) и колбу можно использовать повторно.
3. Воду в колбу-приемник нужно наливать в расчете 45мл на каждый моль KJ.
4. При больших, чем описано в данной работе загрузках, обязательно использование охлаждающей бани для колбы-приемника.
5. При больших, чем описано в данной работе загрузках, перегонку HJ-кислоты нужно проводить в слабом токе CO_2 . Это предотвращает окисление кислоты кислородом воздуха.
6. Чистота такой кислоты достаточна для большинства целей органического синтеза. Примесь фосфина оказывает также стабилизирующее действие на HJ, препятствуя окислению кислородом воздуха.
7. Общее время основной стадии получения сырой HJ-кислоты составляет 1,5 часа.