

### Experiencia 3

#### PREPARACIÓN DEL REACTIVO DE GRIGNARD (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>MgBr)

##### Introducción:

De los compuestos organometálicos, tal vez el mejor conocido por todos los químicos sea el reactivo de Grignard, llamado así en honor a Victor Grignard de la Universidad de Lyons, quien obtuvo el Premio Nobel en 1912 por su descubrimiento. Probablemente éste sea uno de los compuestos organometálicos más utilizados en síntesis orgánica y organometálica.

##### Objetivo:

Sintetizar el bromuro de fenil magnesio, para ser usado en una práctica posterior en la que se probará su actividad como reactivo de Grignard.

##### Material:

*Matraz de bola de dos bocas (24/40), de 200 mL*  
*Refrigerante (24/40) con mangueras*  
*Línea doble de vacío/gas inerte*  
*Barra magnética*  
*Embudo de adición de presión compensada*  
*Parrilla de calentamiento con agitación*  
*Probeta de 50 mL*  
*Tapones de vidrio*

##### Reactivos:

*7 mL de bromobenceno*  
*1.5 g de limadura de magnesio*  
*1 cristal de yodo*  
*30 mL de éter anhidro*

Antes de iniciar a trabajar es importante tener presente que, para obtener buenos resultados en este tipo de reacciones, es esencial que el material esté perfectamente seco y purgado con gas inerte, así como el empleo de reactivos anhidros.

### Procedimiento:

En el matraz se colocan 2 mL de bromobenceno, 1.5 g de limadura de magnesio, 10 mL de éter ANHIDRO, y un cristal de yodo, e inicialmente no se agita. Por una de las bocas del matraz se conecta el refrigerante, en cuya parte superior, se encuentra conectado a la línea de vacío. En la segunda boca se conecta un embudo de adición como se muestra en la figura 3.1. Se deja fluir el nitrógeno por 15 minutos. En el embudo de adición se colocan 20 mL de éter y 5 mL de bromobenceno. Se espera 5 minutos sin agitar hasta que se inicie la reacción (esto se sabe cuando desaparece la coloración característica del yodo). Después de este tiempo, se inicia la agitación y se empieza a gotear lentamente la disolución contenida en el embudo de adición. La reacción será violenta y durará aproximadamente media hora, obteniéndose una disolución de color ámbar.

Al terminar, se guarda cuidadosamente el Grignard obtenido, bajo atmósfera inerte, bien tapado y de ser posible, en refrigeración a 0°C.

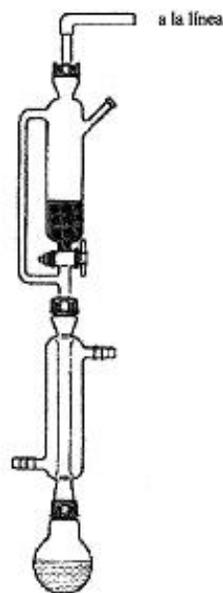


Figura 3.1. Dispositivo para la preparación del reactivo de Grignard.

**Nota:** Si se desea, el matraz de boca de dos bocas puede ser sustituido por un matraz Schlenk y el embudo de adición por una jeringa.

### Cuestionario:

1. Escribe la reacción efectuada.
2. ¿Por qué es importante trabajar en condiciones anhidras?
3. ¿Con qué objeto se usa el yodo?
4. ¿Qué diferencia habría si se utilizara clorobenceno en lugar de bromobenceno en la reacción?
5. ¿Qué precauciones hay que tener en el manejo de reactivos de Grignard?
6. ¿Qué diferencia hay entre preparar el Grignard en éter o en thf?
7. ¿Cómo podrías cuantificar experimentalmente la concentración del Grignard que obtuviste?

### Referencias:

- A.I. Vogel., *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4<sup>th</sup> Ed. Longman, New York (1978).
- R.J. Fessenden and J.S. Fessenden, *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*, Willard Grant Press, Boston (1963).
- P. Powell, *Principles of Organometallic Chemistry*, 2<sup>nd</sup> Ed. Chapman and Hall, London (1988).
- Ch. Eischenbroich and A. Salzer, *Organometallics a Concise Introduction*, 2<sup>nd</sup> Ed. Verlagsgesellschaft, Weinheim (1992).