

Experiencia 4

SÍNTESIS DE TETRAFENIL PLOMO

Introducción:

Los compuestos organoplúmbicos son muy utilizados en la actualidad, todos conocemos el tetraetil plomo y sus derivados que se emplean como antidetonantes en gasolinas. Desafortunadamente, estos compuestos son a su vez responsables en gran parte de la contaminación en las grandes ciudades y, por su elevada toxicidad, su uso se ha visto disminuido en los últimos años.

Objetivo:

Sintetizar un compuesto organoplúmbico utilizando un reactivo de Grignard.

- Investigue las rutas generales de síntesis para los compuestos organoplúmbicos, su utilidad y toxicidad.

Material:

Matraz schlenk de la sesión anterior
Refrigerante (24/40) con mangueras
Línea doble de vacío/gas inerte
Agitador magnético
Canastilla de calentamiento
Reóstato
Papel filtro
Vaso de precipitado de 500 mL
Embudo Buchner
Kitasato de 250 mL
Pinzas de tres dedos con nuez

Reactivos:

Bromuro de fenil magnesio de la sesión anterior
15 mL de tolueno ANHIDRO
7 g de cloruro de plomo (II)
20 g de cloruro de amonio
125 g de agua
125 g de hielo
50 mL de cloroformo o dicloro metano
sulfato de magnesio anhidro

Procedimiento:

A la disolución de bromuro de fenil magnesio obtenida en la práctica anterior, se le adiciona el cloruro de plomo y 15 mL de tolueno anhidro. El matraz se conecta al refrigerante y éste a la línea de nitrógeno-vacío (como se indica en la figura 4.1). La mezcla de reacción se coloca en la canastilla y se inicia el calentamiento, con agitación constante. Se observa un cambio de color en la disolución, de café rojizo a café verdoso. Se deja que la mezcla comience a refluir y después de unos minutos se observa la formación de un precipitado oscuro. Se deja que continúe la reacción en reflujo durante dos horas, al cabo de las cuales se suspende el calentamiento y de ser posible, se deja en agitación hasta el día siguiente.

Se hidroliza la mezcla vertiéndola sobre 20 g de cloruro de amonio en 125 g de hielo y 125 g de agua. Se observa la formación de un precipitado blanco. La mezcla se agita durante 15 min, al cabo de los cuales se deja reposar y se observa la separación de una fase acuosa y una fase orgánica las que se separan por decantación. La fase acuosa se filtra obteniéndose un sólido de color gris. A este sólido se le aplican tres extracciones con 25 mL de cloroformo caliente cada una. Las extracciones deben realizarse en la campana para evitar la inhalación de vapores tóxicos del cloroformo. Se juntan los extractos y se secan con sulfato de magnesio anhidro. Se filtra y se evapora el disolvente obteniéndose un sólido blanco. Este compuesto puede ser recristalizado de tetracloruro de carbono.

Determine su punto de fusión y compárelo con el informado en la bibliografía.

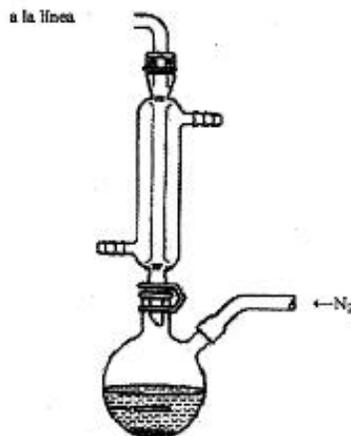


Figura 4.1. Dispositivo para la síntesis de tetrafenil plomo.

Nota: Si se desea, pero no es necesario, se pueden practicar extracciones liq-liq con cloroformo o diclorometano a la fase orgánica obtenida en la hidrólisis.

Cuestionario:

1. Escriba la reacción completa de la síntesis.
2. ¿Con qué fin se adiciona el tolueno?
3. ¿A qué se debe el residuo negro de la reacción?
4. ¿Cuál es el punto de fusión del tetrafenil plomo?
5. Calcule el rendimiento con respecto al $\text{Pb}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ obtenido.

Referencia:

• F.R. Hartley, *Elements of Organometallic Chemistry*, The Chemical Society, London (1974).