

Mitteilung aus dem wissenschaftlichen chemisch-pharmazeutischen
Forschungsinstitut in Moskau

Zur Darstellung von Dichlor-diäthyl-blei

Von A. J. Jakubowitsch und I. Petrow

(Eingegangen am 26. September 1935)

Krause und Grüttner¹⁾ haben die Darstellung des Dichlor-diäthyl-bleis beschrieben, bei der sie Chlor auf Tetraäthyl-blei bei Temperaturen von -60 bis -20° einwirken ließen, während Gilman und Robinson²⁾ zu diesem Zwecke eine Lösung von Tetraäthyl-blei in Toluol mit Chlorwasserstoffgas behandelten. Die zweite Methode ist fraglos einigermaßen einfacher und leichter durchzuführen als die erste. Bei Versuchen, Dichlor-diäthyl-blei nach der Methode von Gilman und Robinson herzustellen, konnten wir aber nicht solche Ergebnisse erhalten, wie sie von den genannten Autoren beschrieben worden sind. Leitet man HCl-Gas in die Lösung von Tetraäthyl-blei in Toluol bei einer Temperatur von 90° ein, so wird das Tetraäthyl-blei tatsächlich, wie es von den Autoren der Methode angegeben ist, vollkommen zersetzt und es bildet sich dabei ein farbloser, seinem Äußeren nach krystallisierter Niederschlag, doch handelt es sich hier, wie wir festgestellt haben, gewöhnlich nicht um Dichlor-diäthyl-blei, sondern um ein Gemisch, das bedeutende Mengen Bleichlorid enthält. Die Zusammensetzung des Gemisches ändert sich in Abhängigkeit von der Zeit, während der man das HCl-Gas eingeleitet hat; führt man das Einleiten lange ($1/2$ Stunde) durch, so erhält man fast ausschließlich Bleichlorid, das nur Spuren von Dichlor-diäthyl-blei enthält; leitet man hingegen das HCl-Gas nur solange ein, als sich noch ein Niederschlag bildet, so

¹⁾ Ber. 49, 1415 (1916).

²⁾ Journ. Amer. chem. Soc. 52, 1974 (1930).

scheidet sich ein Gemisch aus, das aus PbCl_2 (etwa 50%), $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{PbCl}_2$ (etwa 20%) und $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{PbCl}$ (etwa 30%) besteht. Es verdient bemerkt zu werden, daß die von Gilman und Robinson erhaltene Substanz nicht analysiert worden ist. Nach der Methode von Krause und Grüttner kann man hingegen reines Dichlor-diäthyl-blei in guter Ausbeute erhalten.

Versuchsteil

5 g Tetraäthyl-blei wurden in 25 ccm trockenem Toluol gelöst und in die Lösung bei einer Badtemperatur von 90° HCl-Gas im Verlaufe von 5—10 Minuten eingeleitet. Der abgeschiedene, anscheinend krystallisierte Niederschlag (4 g) wurde mit einer geringen Menge heißen Toluols gewaschen und in das Filtrat dann noch etwas HCl-Gas eingeleitet; dabei schied sich ein unbedeutender Niederschlag von Chloriden aus. Als der gewonnene Niederschlag mit siedendem Toluol (80 ccm) behandelt wurde, ging er teilweise in Lösung. Nach dem Eindampfen des Toluolauszuges wurde 1 g einer Substanz erhalten, die in Tetrachlorkohlenstoff, Alkohol und Wasser leicht löslich ist und aus Äther in Form der farblosen Nadeln des Triäthyl-chlor-bleis krystallisierte.

Chlorbestimmung nach Carius:

4,12, 4,10 mg Subst.: 1,83, 1,975 mg AgCl.

$\text{C}_8\text{H}_{13}\text{PbCl}$ Ber. Cl 10,77 Gef. Cl 10,9, 11,4

Der Rückstand, der nach dem Extrahieren mit Toluol zurückgeblieben war (2,6 g), wurde mit siedendem Alkohol behandelt; nach dem Eindampfen der Lösung wurden 0,6 g einer Substanz gewonnen, die sich in Wasser leicht auflöste und aus Alkohol in Form der glänzenden, plättchenförmigen Nadeln des Dichlor-diäthyl-bleis krystallisierte.

3,295, 4,015 mg Subst.: 3,710, 3,525 mg AgCl.

$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{PbCl}_2$ Ber. Cl 21,10 Gef. Cl 21,37, 21,72

Der nach dieser Extraktion verbleibende Rückstand (1,6 g) enthält keinerlei organische Verbindungen, ist in Wasser schwer löslich und gibt alle Reaktionen auf Bleichlorid.

4,785, 4,185 mg Subst.: 3,900, 4,295 mg AgCl.

PbCl_2 Ber. Cl 25,54 Gef. Cl 25,49, 25,39