

13	LA TÉCNICA DE LA LÍNEA DOBLE VACÍO/GAS INERTE	Experiencia 1
18	SECAO DE DISOLVENTES EN SISTEMA INERTE	Experiencia 2
19	PREPARACION DEL REACTIVO DE GRIGNARD	Experiencia 3
20	SINTESIS DE TETRAHIPOXANO	Experiencia 4
21	SINTESIS DE FERROCENO	Experiencia 5
27	SINTESIS DE ACETILFERROCENO	Experiencia 6
35	PURIFICACION DE ACETILFERROCENO POR MEDIO DE CROMATOGRAFIA	Experiencia 7
38	SINTESIS DE METILLEN TRICARBONIL MOLIBDENO	Experiencia 8
40	SINTESIS DE BIS-TRICARBONIL-2	Experiencia 9
41	EFECTOS DE LA TEMPERATURA EN LA REACCION DE METALOS	Experiencia 10
	ANEXOS	
	ANEXO I	
	ANEXO II	
	ANEXO III	
	ANEXO IV	
	ANEXO V	
	ANEXO VI	
	ANEXO VII	
	ANEXO VIII	
	ANEXO IX	
	ANEXO X	
	ANEXO XI	
	ANEXO XII	
	ANEXO XIII	
	ANEXO XIV	
	ANEXO XV	
	ANEXO XVI	
	ANEXO XVII	
	ANEXO XVIII	
	ANEXO XIX	
	ANEXO XX	
	ANEXO XXI	
	ANEXO XXII	
	ANEXO XXIII	
	ANEXO XXIV	
	ANEXO XXV	
	ANEXO XXVI	
	ANEXO XXVII	
	ANEXO XXVIII	
	ANEXO XXIX	
	ANEXO XXX	

Experiencia 1

LA TÉCNICA DE LA LÍNEA DOBLE VACÍO/GAS INERTE

Introducción:

La línea doble de vacío/gas inerte (figura 1.1) es uno de los dispositivos más valiosos para el químico que se dedica al estudio de síntesis de compuestos sensibles. Mediante esta técnica se pueden medir cantidades pequeñas de líquidos y gases volátiles, realizar reacciones y separar los productos de reacción en atmósfera inerte. Aun cuando estas operaciones se pueden realizar en otros aparatos usados en síntesis, la ventaja evidente de la línea de vacío es que ofrece la posibilidad de manejar productos líquidos y gaseosos sensibles al aire, tales como los halogenuros de alquil y arilmagnesio, hidruros de boro o, los haluros y alquillos de aluminio o de compuestos tóxicos, a los que no es posible manejar en sistemas abiertos.

Objetivo:

Conocer y familiarizarse con la técnica y manipulación de la línea doble de vacío/gas inerte.

- Consultando la bibliografía que se anexa, investigue las partes fundamentales de que consta la línea doble de vacío/gas inerte y su manipulación.

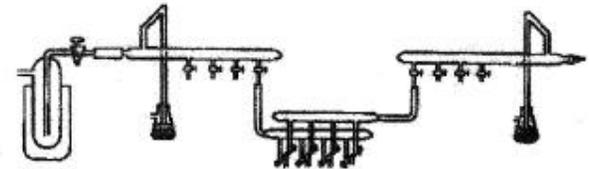


Figura 1.1. Esquema simplificado de la línea doble de vacío/gas inerte.

Referencias:

- R.J. Angelici. *Synthesis and Techniques in Inorganic Chemistry*, 2nd Ed., W-B. Saunders, Philadelphia, (1977).

- D.F. Shriver, *The Manipulation of Air-sensitive Compounds*, McGraw Hill, New York, (1969).
- W.L. Jolly, *The Synthesis and Characterization of Inorganic Compounds*, Prentice-Hall Englewood Cliffs, (1970).

Experiencia 2

SECADO DE DISOLVENTES EN SISTEMA INERTE

Introducción:

En general, los compuestos organometálicos son sensibles a la acción del aire y de la humedad. Debido a esto es que se emplean técnicas más elaboradas, pero a su vez cómodas y seguras, como la línea doble de vacío/gas inerte. Un factor indispensable para tener éxito en la síntesis de algunos compuestos organometálicos, como el reactivo de Grignard, es el de utilizar disolventes libres de humedad, ya que ésta puede impedir la formación del producto deseado.

Objetivo:

Conocer los métodos de secado de los disolventes de uso común en el laboratorio, empleando un sistema de atmósfera inerte.

- ☐ Investigue los métodos de purificación de los siguientes disolventes que son de uso común en el laboratorio: hexano, éter, cloroformo, acetona, metanol, tetrahidrofurano y tolueno.

Material:

Matraz de bola (24/40) de 200 mL
Refrigerante (24/40) con mangueras
Embudo de adición de presión compensada
Canastilla de calentamiento de 200 mL
Reóstato
Conector
Soporte universal
2 pinzas de tres dedos con nuez
Grasa de silicón
Espátula
Pinzas de depilar
Línea doble de vacío/gas inerte

Reactivos:

150 mL de éter
Sodio metálico
Benzofenona

Procedimiento:

En un matraz bola de 200 mL, colocar 150 mL de éter. En seguida, con la ayuda de una espátula y unas pinzas de depilar, cortar pequeños trozos de sodio metálico en suficiente cantidad (aprox. 1 g) y agregarlo poco a poco en el matraz (PRECAUCIÓN: recuerde que EL SODIO METÁLICO SE INFLAMA CON LA HUMEDAD DEL MEDIO AMBIENTE) y adicionar un poco de benzofenona.

Al matraz bola se le acopla un embudo de adición de presión compensada y a éste un refrigerante, provisto de un conector en la parte superior (figura 2.1). Se acopla el conector a la fuente de nitrógeno, se abre la llave del gas, se regula la presión y se deja que el nitrógeno fluya al sistema por 10 minutos. Una vez que el sistema se encuentra en atmósfera inerte, se comienza el calentamiento y se deja en reflujo hasta que el disolvente se encuentra libre de humedad. Una vez seco, colecte la cantidad deseada de disolvente cerrando la llave del embudo.

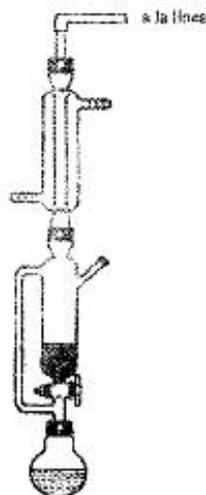


Figura 2.1. Dispositivo para secado de disolventes.

Cuestionario:

1. Explique en detalle y con reacciones, ¿cuál es el objeto de adicionar benzofenona al sistema?
2. Indique otros métodos que se utilizan para secar disolventes.

Referencias:

- W.L. Perrin, F. Amarego and D.R. Perrin, *Purification of Laboratory Chemicals*, 2nd Ed, Pergamon Press (1980).
- A.I. Vogel, *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4th Ed, pp162-179. Longman Inc. New York (1978).