

Experiencia 5

SÍNTESIS DE FERROCENO

Introducción:

Con el descubrimiento del ferroceno se marca uno de los eventos importantes de la Química Organometálica de los metales de transición y se abre una extensa área de investigación sumamente activa en la actualidad.

Objetivo:

Sintetizar el bis-ciclopentadienil hierro (II).

- ☒ Investigue las propiedades e importancia del ferroceno desde el punto de vista químico.

Material:

Matraz pera de 100 mL para destilación
Columna vigreux
T de destilación
Refrigerante de agua con mangueras
Colector
Fibra de vidrio
Canastilla de calentamiento
Reóstato
Matraz de reacción schlenk de 100 mL
2 soportes universal
3 pinzas de tres dedos con nuez
Vidrio de reloj
2 pipetas de 10 mL
Agitador magnético con barra magnética
Tanque de nitrógeno con manómetro
2 tapones suba seal
Kitasato
Embudo Buchner
Línea doble de vacío/gas inerte
Vaso de precipitado de 500 mL
Espátula
2 agujas de jeringa

Reactivos:

- 50 mL de biciclopentadieno
- 1.5 g de KOH molido
- 750 mg de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 8 mL de HCl 6M
- 10 g de hielo
- 2.5 mL de etilenglicol
- 2.0 mL de dimetilsulfóxido (DMSO)

Procedimiento:

Nota: Antes de comenzar la síntesis, es necesario refluir durante 3 hs 50 mL de biciclopentadieno y destilar después 20 mL de ciclopentadieno, utilizando un equipo de destilación con columna vigreux.

Mientras procede la destilación, se acopla un dispositivo como el que se muestra en la figura 5.1.

La fuente de nitrógeno se conecta al matraz schlenk que contiene una barra magnética. Se hace pasar una corriente moderada de nitrógeno durante un minuto manteniendo el matraz abierto.

Inmediatamente después se coloca en el matraz una mezcla de 1.5 g de KOH molido y 2.5 mL de etilenglicol, se tapa el matraz con un suba-seal y se agita sin suspender la corriente de nitrógeno.

Utilizando una jeringa, la mezcla se trata con 0.6 mL de ciclopentadieno recién destilado y se agita vigorosamente hasta que la disolución toma una coloración anaranjada.

En atmósfera de nitrógeno, se prepara una disolución de 750 mg de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 2 mL de DMSO, ésta se agrega gota a gota (aproximadamente en 10 minutos) por medio de una pipeta Pasteur (previamente purgada con N_2), a la mezcla de reacción anterior manteniendo siempre el flujo de nitrógeno. Se vuelve a tapar el matraz, se disminuye la corriente de nitrógeno y se mantiene la agitación por 20 minutos. La reacción habitualmente no requiere de calentamiento, pero se le puede calentar bajo nitrógeno por 30 minutos a 60°C para mejorar el rendimiento.

Se suspende la agitación y el flujo del nitrógeno, la mezcla de reacción se vierte cuidadosamente en un vaso de precipitado de 50 mL que contiene 8 mL de HCl 6M y 10 g de hielo.

Se obtiene una disolución azul y un precipitado de aspecto gelatinoso de color anaranjado. Se filtra al vacío y el residuo se lava con dos porciones de 10 mL de agua. Se seca el producto al vacío. Una vez seco, se pesa y determina el punto de fusión.

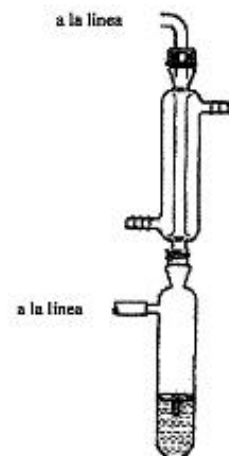


Figura 5.1. Dispositivo para la síntesis de ferroceno.

Questionario:

1. Escriba las reacciones completas y balanceadas.
2. Investigue la toxicidad de los reactivos utilizados en la práctica.
3. ¿Por qué es necesario trabajar bajo atmósfera de nitrógeno?
4. ¿Para qué se utiliza el HCl?
5. Calcule el rendimiento de la reacción, y analice qué factores pueden afectarlo.

Referencias:

- W.L. Jolly, *Inorganic Synthesis*, 11, 120-122.
- C.R.C. *Handbook of Chemistry and Physics*. 58 Ed. USA (1982).