

Experiencia 8

SÍNTESIS DE MESITILEN TRICARBONILMOLIBDENO

Introducción:

Aunque durante varios años se conocía que el enlace π presente en las olefinas constituía una vía esencial por medio de la cual éstas se podían coordinar a los metales de transición, no fue sino hasta 1955 que se consideró la posibilidad de que el benceno formara complejos similares. En donde es posible que éste ocupe tres posiciones de coordinación, uniéndose a través de la nube π de los seis átomos de carbono del anillo aromático (η^6).

Objetivo:

Sintetizar un complejo arénico.

- Investigue acerca de las reacciones de sustitución en carbonilos metálicos y las propiedades del mesitilen tricarbonilmolibdeno.

Material:

Matraz de reacción schlenk de 50 mL
Refrigerante con mangueras
Conector
Manta de calentamiento
Agitador magnético con barra
Reóstato
Kitasato
Buchner
Papel filtro
Línea doble de vacío/gas inerte
Frasco émbur

Reactivos:

0.5 g de $\text{Mo}(\text{CO})_6$
5 mL de mesitileno anhidro
30 mL de hexano
5 mL de CH_2Cl_2

Procedimiento:

En un matraz schlenk de 50 mL, colocar 0.5 g de $\text{Mo}(\text{CO})_6$ y 5 mL de mesitileno anhidro. Se acopla un dispositivo como el que se muestra en la figura 8.1. El matraz se conecta a la fuente de nitrógeno y se deja que el gas fluya al sistema durante 10 minutos. Una vez que el sistema se encuentra en atmósfera inerte, se disminuye el flujo de nitrógeno. Se agita y se comienza el calentamiento, se deja en reflujo al menos por 60 minutos, se suspende el calentamiento. Cuando la mezcla de reacción alcanza la temperatura ambiente, se suspende la corriente de nitrógeno.

Se adicionan 15 mL de hexano para completar la precipitación del producto de color amarillo que se obtiene, se filtra por medio de vacío y se lava con porciones de 5 mL de hexano hasta que las aguas de lavado sean incoloras. El producto amarillo puede quedar contaminado con un sólido de color negro, de ser así, purifique el producto crudo disolviéndolo en la mínima cantidad de diclorometano. Filtre la disolución, y adicione 25 mL de hexano; fíltrelo y lave con dos fracciones de 4 mL de hexano.

El producto que se obtiene descompone lentamente a la luz y al aire, se debe guardar en un frasco ámbar previamente evacuado con atmósfera inerte.

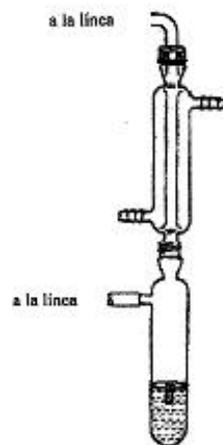


Figura 8.1. Dispositivo para la síntesis del $[1,3,5\text{-C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_3\text{Mo}(\text{CO})_3]$.

Cuestionario:

1. Escriba las reacciones completas.
2. Proponga un mecanismo para la reacción efectuada.
3. Calcule el rendimiento de la reacción.
4. ¿Qué cambios en propiedades del producto final esperaría si en vez de utilizar mesitileno utilizara benceno?
5. ¿Qué métodos emplearía para caracterizar el producto obtenido?
6. ¿A qué se debe la impureza de color negro que presenta el producto de reacción?

Referencia:

- R.J. Angelici, *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*, W.B. Saunders & Co., USA (1977)