

## Experiencia 9

### SÍNTESIS DE BIS-(TRICARBONIL $\eta^5$ -CICLOPENTADIENILMOLIBDENO)

#### Introducción:

En los carbonilos metálicos, el ligante CO puede coordinarse a uno, dos o tres centros metálicos en conjunción con la formación de enlaces metal-metal.

#### Objetivo:

Sintetizar el bis(tricarbonil  $\eta^5$ -ciclopentadienil molibdeno).

#### Material:

Matraz de reacción schlenk de 50 mL  
Refrigerante con mangueras  
Conector  
Manta de calentamiento  
Agitador magnético  
Barra magnética  
Reóstato  
Kitasato  
Buchner  
Papel filtro  
Vidrio de reloj  
Probeta de 10 mL  
Línea doble de vacío/gas inerte

#### Reactivos:

0.5 g de hexacarbonilo de molibdeno  
3.3 mL de biciclo-pentadieno anhidro  
35 mL de hexano  
10 mL de diclorometano

### Procedimiento:

Utilice un dispositivo como el que se muestra en la figura 9.1. Conecte el matraz a la línea de vacío y permita que el gas nitrógeno fluya al sistema por un minuto. Una vez que el sistema se encuentra en atmósfera inerte, se retira el refrigerante sin suspender la corriente de nitrógeno y se colocan 0.5 g de  $\text{Mo}(\text{CO})_6$  y 3.3 mL de biciclopentadieno. Se acopla nuevamente el refrigerante al matraz y se disminuye el flujo de nitrógeno. Se agita y se comienza el calentamiento, se deja en reflujo dos horas, al final de este tiempo se observa un cambio de coloración (amarillo-ámbar-púrpura). Se suspende el calentamiento y se aumenta la corriente de nitrógeno en el sistema. Cuando la mezcla de reacción alcanza la temperatura ambiente, se suspende el flujo de nitrógeno.

Se adicionan 15 mL de hexano para completar la precipitación. El producto de color púrpura 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.

Purifique el producto disolviéndolo en la mínima cantidad de diclorometano. Filtre la disolución y adicione 25 mL de hexano para precipitar el producto; fíltrelo y lávelo con dos porciones de 4 mL de hexano.

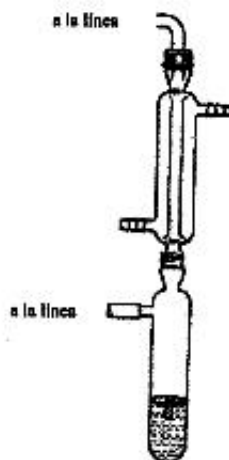


Figura 9.1. Dispositivo para la síntesis del  $[\eta^5\text{-C}_5\text{H}_5]_2\text{Mo}(\text{CO})_2$ .

### Cuestionario:

1. Escriba las reacciones completas.
2. Proponga un mecanismo para la reacción efectuada.
3. Calcule el rendimiento de la reacción.
4. Proponga una estructura para el  $[\eta^5\text{-C}_5\text{H}_5]_2\text{Mo}(\text{CO})_2$ .
5. ¿Qué métodos emplearía para caracterizar el producto obtenido?

### Referencias:

- P. Powell, Principles of Organometallic Chemistry, 2<sup>nd</sup> Ed. Chapman and Hall, London (1988).
- K.F. Purcell and J.C. Kats, Inorganic Chemistry, Holt Saunders, Japan (1985).
- G.J. Wilkinson, Am. Chem. Soc., 1954, 76, 209.
- R.G. Hayler, Jorg. Chem., 1963, 2, 1031.