

Retomamos la serie de experimentación en química organometálica que apareció en las revistas de octubre de 1992 y enero de 1993.

Síntesis de ferroceno

Juventino García Alejandro, Jorge Morgado Moreno
y Mónica Sacristán Fanjul *

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 (Paz, en prensa).

Objetivo

Sintetizar un compuesto de la familia de los metalocenos: el bis-ciclopentadienil hierro II (modificado de Jolly, 1968).

Material

Matraz pera	Agitador magnético
Columna vigreux	Barra de agitación
T de destilación	Tanque de nitrógeno,
	Refrigerante de agua con
	manómetro
Colector	2 tapones suba-seal
Mangueras de latex	Kitasato
Fibra de vidrio	Embudo Buchner
Canasta de calentamiento	Bomba de vacío
Vaso de precipitados 500 mL	Reóstato
Matraz de tres bocas 500 mL	Espátula
2 soportes universal	2 agujas de jeringa
3 pinzas de tres dedos con nuez	Piedras de ebullición
2 pipetas de 10 mL	Papel filtro

Reactivos

20 mL de biciclopentadieno	Hielo
6.5 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	85 mL de THF anhidro
90 mL de HCl 6 M	25 g de KOH molido

Procedimiento

Antes de iniciar la síntesis, es necesario refluir durante tres horas y destilar posteriormente 20 mL de biciclopentadieno, utilizando un equipo de destilación con columna vigreux.¹

La fuente de nitrógeno se conecta a un matraz de tres bocas de 500 mL que contiene un agitador magnético. La boca central del matraz se cierra con un tapón suba-seal² con una aguja de

jeringa insertada y se hace pasar por el matraz (con la tercera boca abierta) una corriente de nitrógeno durante un minuto.

Inmediatamente después se coloca en el matraz 65 mL de THF anhidro³ y 25 g de KOH molido, sin suspender la corriente de nitrógeno. Se tapa la tercera boca con un tapón y la mezcla se agita durante cinco minutos al cabo de los cuales se agregan 5.5 mL de ciclopentadieno recién destilado y se vuelve a tapar el matraz. Se agita vigorosamente durante media hora.

Se prepara una solución con 6.5 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 25 mL de THF anhidro; ésta se agrega gota a gota por medio de una pipeta a la mezcla de reacción, manteniendo siempre el flujo de nitrógeno. Se vuelve a tapar el matraz, se disminuye el paso de nitrógeno al mínimo y se deja la mezcla con agitación constante durante una hora.

Se suspende la agitación y el flujo de nitrógeno, la mezcla de reacción se vierte cuidadosamente en un vaso de precipitados de 500 mL colocado en un baño de hielo, conteniendo 90 mL de HCl 6 M y 100 g de hielo. Se obtiene una solución azul y un precipitado de aspecto gelatinoso, de color naranja. Se filtra al vacío y el residuo se lava con porciones de 20 mL de agua hasta que el agua de lavado sea incolora. Se seca el producto al vacío. Una vez seco se pesa y determina punto de fusión.

Preguntas sugeridas

1. Escriba las reacciones completas y balanceadas.
2. Investigue las propiedades y los usos del ferroceno.
3. ¿Por qué es necesario trabajar bajo atmósfera de nitrógeno?
4. ¿Con qué objeto se utiliza el HCl?
5. Calcule el rendimiento de la reacción, y analice qué factores afectan en él.

Bibliografía

- Jolly, W. L., *Inorganic Synthesis* 11, 120 (1968).
 Paz, S.M.A., en: Chamizo, J.A. y J. Morgado (eds.), *Química Organometálica*, en prensa.
 Perrin, D. D. and Armarego, W.L.F., *Purification of Laboratory Chemicals*, 3rd Ed., Pergamon Press, Great Britain, 1988.
 Vogel, A. I., *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Logman, New York, 1989. ■

* Departamento de Química Inorgánica, División de Estudios de Posgrado, Facultad de Química, UNAM, Cd. Universitaria, México, D.F. 04510.

¹ ¡Cuidado con la destilación!, pues se produce abundante espuma.

² Puede usarse cualquier tapón de látex tipo septa.

³ Para el secado de THF, se puede proceder como sigue (Perrin, 1988; Vogel, 1989), tratar 1 litro de THF con 10 gramos de sodio y 10 gramos de benzofenona, la mezcla se calienta a reflujo bajo corriente de nitrógeno hasta la aparición de un color azul oscuro permanente.