

CARBONILACIONES

1. La calidad del monóxido de carbono es N47 (contiene 1 ppm de H₂)

2. La botella de monóxido de carbono tiene una capacidad de 5 L (es una botella B5) y cuando está cargada la presión es de 100 bars.

3. La llave de la botella de CO se abre girando en sentido antihorario y se cierra girando en sentido horario. **CUANDO NO SE UTILIZA EL MONÓXIDO DE CARBONO LA LLAVE DE LA BOTELLA DE CO DEBE ESTAR CERRADA.**



4. El manoreductor se enrosca en la botella de CO girando en sentido antihorario y se desenrosca girando en sentido horario.

5. El primer indicador de presión del manoreductor indica la presión interior de la botella y el segundo la presión de salida del CO. Girando la llave de rosca del manoreductor en sentido horario aumenta la presión de salida y girando en sentido antihorario disminuye la presión de salida.



6. La válvula de seguridad posterior al manoreductor está tarada a 2,6 bars. **NO PUEDE SUPERARSE ESTA PRESION AL REGULAR LA PRESION DE SALIDA DEL MONÓXIDO DE CARBONO, EN CASO CONTRARIO SE ABRE LA VÁLVULA DE SEGURIDAD PARA EVACUAR EL EXCESO DE CO.**



7. Después de la válvula de seguridad hay una llave de paso con tres posiciones. Mirando directamente a la llave: 1) posición flecha hacia la derecha: dirige el CO al reactor de vidrio, 2) flecha hacia arriba: corta el paso de CO y 3) flecha hacia la izquierda para realizar burbujeos de CO. La conducción que conecta el manoreductor con la llave de paso es de acero y tienen un diámetro interno de 3 mm.

8. El reactor se conecta a la llave de paso con un tubo de plástico de línea de vacío y bridas metálicas.

9. El reactor de vidrio está plastificado, tiene una capacidad de 250 mL y está equipado con una llave de rosca de teflón. La vitrina debe estar cerrada cuando el reactor está cargado para evitar proyecciones al exterior en caso de explosión. Las paredes de vidrio tienen un grosor doble del normal. Es probable que el reactor de vidrio resista presiones de entre 3 y 4 bars pero **POR LIMITACIONES DE LA INSTALACIÓN Y POR SEGURIDAD NUNCA SE CARGARÁ EL REACTOR DE VIDRIO A UNA PRESIÓN SUPERIOR A 2 BARS.**

10. Para cargar el reactor (La botella de CO debe estar cerrada, el manoreductor cerrado y la llave de paso del monóxido de carbono hacia arriba cortando el paso de CO): 1) una vez añadido el disolvente, el producto y un agitador magnético al reactor de vidrio, se enrosca la llave de teflón, **SIN CERRAR COMPLETAMENTE EL REACTOR DE VIDRIO CON LA LLAVE DE Teflón, SE COMUNICA EL PASO DE CO Y EL REACTOR DE VIDRIO.** 2) Se conecta el detector de CO, apretando unos segundos el botón azul - después de un test, finalmente aparece en la pantalla 0 ppm que indica que el detector está midiendo la cantidad de CO en el aire -. 3) Se conecta el reactor a la llave de paso con el tubo de plástico de línea de vacío y las bridas metálicas. 4) Se abre la llave de la botella de CO (y el primer indicador de presión del manoreductor muestra la presión interna de la botella de CO). 5) Con la llave de rosca del manoreductor se regula la presión de salida de CO entre 1,5 y 2 bars. 5) Se comunica el reactor con el CO situando la llave de paso del CO en la posición flecha hacia la izquierda. 6) Se cierra la llave de la botella de CO. **TRABAJANDO A ESTAS PRESIONES NO ES NECESARIO CERRAR COMPLETAMENTE EL REACTOR CORTANDO EL PASO DE CO CON LA LLAVE DE TEFLON DEL REACTOR DE VIDRIO y hay suficiente CO en el sistema para carbonilar completamente 200 mg de un complejo ciclometalado.**

11. Para descargar el reactor: 1) **SE COMPRUEBA QUE LA LLAVE DE LA BOTELLA DE MONÓXIDO DE CARBONO ESTÁ CERRADA.** 2) La llave de paso del CO se sitúa en la posición 3 para evacuar el monóxido de carbono. 2) Se cierra el manoreductor. 3) La llave de paso del CO se sitúa en la posición de cortar el paso de CO. 4) Se abre totalmente la llave de teflón del reactor de vidrio. 5) Se desconecta el detector de CO, apretando unos segundos el botón azul.

12: Limpieza del reactor: En caso de formación de un espejo metálico se eliminará con una pequeña cantidad (1 – 2 mL de agua regia) y posteriormente se lavará con agua muy abundante y finalmente acetona. Antes de usar el reactor debe estar seco y sin trazas de ácido (los intermedios que derivan de la inserción en el enlace carbono – paladio son muy susceptibles al ataque por electrófilos (H^+) y nucleófilos. **DEBE EVITARSE EL CONTACTO DEL AGUA REGIA CON LAS PARTES METÁLICAS DEL REACTOR.**

13. También pueden realizarse carbonilaciones a reflujo de algún solvente con el montaje de la figura. En este caso, una vez cargado el balón de tres bocas con los reactivos y el disolvente, se elimina el aire y se carga el montaje a una presión de 1,2 bars de CO .

