

**Anno Accademico 2016/2017****Esperienza N° 3****Fotoluminescenza e triboluminescenza**

*Scopo dell'esperienza:* studio della fotoluminescenza e triboluminescenza di una sostanza attraverso la sintesi di un composto di coordinazione di Cu(I), sua caratterizzazione tramite spettroscopia UV-Visibile ed NMR multinucleare.

*Reagenti:* solfocianuro di rame(I), trifenilfosfina, piridina, HCl 6 M

*Sicurezza:* la piridina è tossica per inalazione, contatto con la pelle e ingestione; il solfocianuro di rame(I) è tossica per inalazione, contatto con la pelle e ingestione, a contatto con acidi libera un gas molto tossico; la trifenilfosfina è nociva per ingestione.

**Sintesi di [Cu(NCS)(PPh<sub>3</sub>)(py)<sub>2</sub>]**

*Apparecchiatura:* drysin, refrigerante munito di tubo essiccante, pallone pyrex a fondo tondo a un collo 29/32 da 50 mL, ancoretta magnetica, spatola, pipetta graduata da 5 mL, vetrino da orologio, propipetta, bacchetta di vetro, imbuti Hirsch con gukko, beuta codata, becker da 25 mL o 50 mL.

**Procedura: operare sempre sotto cappa. L'esperienza richiede due giornate: la miscela di reazione deve essere lasciata a riposo a temperatura ambiente per una notte**

Pesare 0.121 g (1 mmol) di [Cu(NCS)] e 0.262 g (1 mmol) di PPh<sub>3</sub> e metterli in un pallone da 50 mL. Aggiungere 5 mL di piridina, ottenendo una soluzione di colore giallo brillante, da cui quasi subito inizia a precipitare un solido dello stesso colore. Riscaldare la sospensione (o la soluzione) a 70 – 80 °C per 3 h, in agitazione, collegando il pallone ad un refrigerante sulla cui parte superiore avrete messo un tubo contenente un essiccante, per evitare il contatto con l'umidità dell'aria.

Se il sistema iniziale era una sospensione, quando la temperatura del sistema arriva a circa 70 °C, tutto il solido dovrebbe essere passato in soluzione e si ottiene una soluzione gialla.

Passate le 3 h, il sistema viene lasciato raffreddare lentamente, nel pallone aperto, per tutta la notte, fino al pomeriggio successivo. Prima di uscire dal laboratorio grattate sul fondo del pallone con una bacchetta di vetro per favorire il processo di nucleazione dei cristalli.

Il giorno dopo si dovrebbero essere formati dei cristalli di colore giallo-pallido. Filtrare i cristalli su Gooch, lavare con ..... e lasciarli asciugare **sotto cappa**.

**Attenzione:** tutta la vetreria che è venuta a contatto con la piridina deve essere trattata con HCl 4 M, e le acque di lavaggio devono essere smaltite nel recipiente opportuno.

**Caratterizzazione del prodotto.-** Registrare e discutere lo spettro IR in Nujol; illuminare il solido con la lampada UV alla lunghezza d'onda di 365 nm; nello studio al buio frantumare il solido in un becker con la spatola.

*Suggerimenti per la relazione:*

Per il composto sintetizzato indicare la reazione chimica su cui si basa la sintesi, le moli dei composti impiegati, la resa del prodotto ottenuto in grammi e la resa percentuale, la sua caratterizzazione: assegnare le bande presenti nello spettro IR. Commentare gli spettri NMR. Commentare la fotoluminescenza e la triboluminescenza.