

Anno Accademico 2019/2020

Esperienza N° 4

Sintesi e caratterizzazione di $[\text{VO}(\text{acac})_2]$: l'effetto solvatocromico

Testo: Integrated approach to coordination chemistry, Ed. R. A. Marusak, K. Doan, S. D. Cumings, Wiley, pg. 215

Scopo dell'esperienza: sintesi di $\text{VO}(\text{acac})_2$, caratterizzazione e studio dell'effetto solvatocromico, via UV-Visibile e IR.

Sintesi di $[\text{VO}(\text{acac})_2]$

Reagenti: V_2O_5 , perossido di idrogeno 35 % (v/v), piridina, acetonitrile, diclorometano, metanolo

Sicurezza: il V_2O_5 tossico per inalazione ed ingestione; provoca gravi lesioni oculari; irritante per le vie respiratorie; il perossido di idrogeno provoca ustioni; la piridina è tossica, evitare il contatto con la pelle, va maneggiata esclusivamente sotto cappa.

Apparecchiatura: beuta da 100 o da 50 mL, ancoretta magnetica, piastra riscaldante/agitatore, cilindro graduato, bagnomaria, imbuto di Hirsch con guko, carta da filtro, beuta codata.

Procedura: operare sempre sotto cappa

in una beuta da 100 o 50 mL munita di ancoretta magnetica si mescolano 3.0 mL di perossido di idrogeno con 5.0 mL di acqua. Lentamente, in circa 10 – 15 minuti, si aggiungono 0.50 g di V_2O_5 mantenendo il sistema in agitazione, a temperatura ambiente. Man mano che si procede con l'aggiunta si passa da una sospensione iniziale gialla ad una sospensione rossa per ottenere una soluzione rossa. Durante l'aggiunta la sospensione si scalda, fare attenzione!

Dopo aver atteso 15 minuti dal termine dell'aggiunta, si mette la beuta in un bagno di ghiaccio e si raffredda per circa 5 minuti. Si aggiungono quindi goccia a goccia, in un tempo di 15 minuti, 5.0 mL di 2,4-pentandione (utilizzare una pipetta Pasteur nuova), mantenendo la soluzione sempre in agitazione e aggiungendo ghiaccio al bagno man mano che si scioglie. Si ottiene una sospensione rossa.

Sempre goccia a goccia, in agitazione, si aggiungono altri 1 - 2 mL di perossido di idrogeno fino a che si inizia a formare un precipitato blu. Al termine di questa aggiunta se la sospensione è rimasta rossa, non preoccuparsi e proseguire. Lasciare che la sospensione, sempre in agitazione, raggiunga temperatura ambiente. A questo punto **si deve osservare** che la sospensione inizia a cambiare colore da rosso a blu scuro.

Riscaldare la sospensione blu scuro a bagnomaria per circa 30 minuti per completare la precipitazione. Durante il riscaldamento il solido della sospensione diventa di colore blu/azzurro, far scendere dalle pareti eventuale solido rosso (o blu) depositato con acqua (**attenzione a non diluire troppo**) o con la miscela di reazione (meglio).

Se non si forma alcun precipitato lasciare a riposo a t.a. fino al giorno dopo. Durante questo tempo si dovrebbe avere la precipitazione completa del complesso.

Filtrare la sospensione alla pompa e lavare il solido con acqua fredda. Asciugare il solido sotto vuoto.

Tempo richiesto: 2.0 h.

Analisi UV-Visibile del $[\text{VO}(\text{acac})_2]$: effetto solvatocromico.- preparare 10 mL di soluzioni 10 mM di $\text{VO}(\text{acac})_2$ (... mol, ... g) nei seguenti solventi: metanolo, diclorometano, acetonitrile e piridina. Registrare gli spettri UV-Visibile. Prendere nota dei colori di ciascuna soluzione e dei valori di lunghezza d'onda della seconda banda di assorbimento nello spettro.

Gli spettri si registrano nella zona del Visibile, si devono usare cuvette in quarzo. Ogni volta che si cambia solvente si deve rifare la linea di base.

Suggerimenti per la relazione:

Indicare le reazioni chimiche che avvengono, le rese ottenute, commentare gli spettri UV-Visibile registrati e correlare le variazioni osservate con la capacità coordinante del solvente usato per la registrazione degli spettri.