Anno Accademico 2020/2021

Esperienza Jolly

Isomeria di legame

B. Sintesi di un complesso di rame con dimetil solfossido (DMSO) e confronto del modo di coordinazione del DMSO rispetto a un complesso di rutenio e a un complesso di palladio
Testo: Microscale Inorganic Chemistry, Ed. Z. Szafran,, R. M. Pike, M. M. Singh, John Wiley & Sons, Inc., pg. 218

Scopo dell'esperienza: sintesi di un composto di coordinazione di Cu(II) avente il dimetil solfossido (DMSO) come legante, caratterizzazione via IR del complesso sintetizzato e dei derivati di Ru(II) e di Pd(II): quest'analisi permette di determinare il modo di coordinazione del DMSO; dei derivati di Ru(II) e di Pd(II) si discuterà anche lo spettro ^{1}H NMR.

Sintesi di $[CuCl_2(DMSO)_2]$
Reagenti: dimetil solfossido, $CuCl_2 \cdot 2H_2O$, etanolo assoluto.
Sicurezza: $CuCl_2$ è nocivo per ingestione ed inalazione delle polveri, il dimetil solfossido è nocivo per ingestione, inalazione e assorbimento attraverso la pelle, va manipolato sotto cappa.
Apparecchiatura: piastra riscaldante/agitatore, beuta da 50 mL, pipetta graduata da 1 mL, propipetta, cilindro graduato da 10 mL, ancoretta magnetica, imbuti Hirsch con gukko, carta da filtro, beuta codata, bacchetta di vetro, spatola.

Procedura: **operare sempre sotto cappa**
Nella beuta provvista di ancoretta magnetica introdurre 600 mg di $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ e 4 mL di etanolo e lasciare in agitazione fino a che tutto il complesso di rame si è sciolto. Alla soluzione verde così ottenuta aggiungere lentamente 1.0 mL di DMSO: si ha immediatamente la formazione del prodotto, che è un solido verde chiaro. Lasciare la miscela in agitazione per 15 minuti, quindi filtrare su imbuto di Hirsch, lavare due volte con 2 mL di etanolo, asciugare sotto vuoto.
Tempo richiesto: 0.5 h.

Caratterizzazione dei prodotti.- I tre composti di coordinazione, $[CuCl_2(DMSO)_2]$ sintetizzato, *cis*-$[RuCl_2(DMSO)_4]$ e $[PdCl_2(DMSO)_2]$ già presenti in laboratorio, vengono caratterizzati per via spettroscopica. Di tutti e tre si registra lo spettro IR e lo si confronta con quello del DMSO libero **(intervallo spettrale 500 – 1300 cm^{-1})**, utilizzando l'accessorio ATIR con punta di diamante: **FARE MOLTA ATTENZIONE A NON ROMPERLO (COSTO 4500 €).**
Dei derivati di Ru(II) e di Pd(II) si discutono gli spettri ^{1}H NMR registrati in D_2O.

Suggerimenti per la relazione:
Per ogni composto sintetizzato indicare le reazioni chimiche 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 di stretching del legame S=O e determinare se il DMSO è coordinato via S o via O. Commentare gli spettri NMR.