

Anno Accademico 2021/2022

Esperienza N° 7

Sintesi di un complesso di Eu(III): esempio di un complesso fluorescente

Testo:

Scopo dell'esperienza: sintesi di un complesso di Eu(III) e studio degli spettri di assorbimento e di fluorescenza.

Sintesi del complesso [Eu(TTA)₃(phen)]

Reagenti: EuCl₃·6H₂O, tenoiltrifluoroacetone (TTAH), etanolo, 1,10-fenantrolina (phen), idrossido di sodio, diclorometan.

Sicurezza:

Apparecchiatura: pallone da 100 mL, cilindri graduati, imbuto di Hirsch con gukko, beuta codata, ancorotta magnetica, agitatore.

Procedura per la sintesi del legante: **lavorare sotto cappa!** Sciogliere, in un pallone da 100 mL, 0.50 g ($1.36 \cdot 10^{-3}$ mol) di EuCl₃·6H₂O, in 20 mL di etanolo, ottenendo una soluzione **di colore ...**. In una beuta di volume appropriato sciogliere 0.85 g ($3.8 \cdot 10^{-3}$ mol) di TTAH in 15 mL di etanolo. Aggiungere la soluzione di TTAH alla soluzione del lantanide lasciando agitare a temperatura ambiente per 30 min. Si osserva una variazione del colore della **soluzione da ... a giallo/verde**. Portare il pH della soluzione da acido (dovrebbe essere circa 1) a basico (nel range 8 – 9) tramite l'aggiunta goccia a goccia, sotto vigorosa agitazione, di una soluzione satura di NaOH in etanolo al 5 % di acqua. Una volta raggiunto il pH basico la miscela viene lasciata in agitazione per altri 30 min. fino ad ottenere una soluzione/sospensione?? Colore???..... chiaro.

A questo punto si aggiungono 0.22 g ($1.22 \cdot 10^{-3}$ mol) di 1,10-fenantrolina, ottenendo la precipitazione del complesso desiderato come solido bianco. La sospensione viene lasciata in agitazione a temperatura ambiente per 30 min., quindi viene filtrata su alla pompa, il solido viene lavato con piccole quantità di etanolo freddo, ed asciugato sotto vuoto. Il solido è di colore **bianco???**, le acque madri sono di **colore giallo???**.

Tempo richiesto: 2.5 h.

Analisi spettroscopica del complesso sintetizzato:

Preparare una soluzione madre 10^{-3} M di [Eu(TTA)₃(phen)] in 10 mL di diclorometano. **(In altri testi è riportato in etanolo, in caso provare entrambi i solventi)**

UV-Visibile di [Eu(TTA)₃(phen)].- diluire la soluzione madre fino ad avere una concentrazione 10^{-5} M. Registrare gli spettri UV-Visibile (**intervallo spettrale 220 – 800 nm**). Si devono usare **cuvette in quarzo**.

Fluorescenza di [Eu(TTA)₃(phen)].- diluire la soluzione madre fino ad avere una concentrazione 10^{-7} M. Registrare lo spettro di emissione irradiando la soluzione a 339.5 nm. Si devono usare **cuvette in quarzo**.

Verificare la fluorescenza anche irradiando il complesso allo stato solido con la lampada di Wood.

Analisi IR di [Eu(TTA)₃(phen)].- registrare lo spettro IR del complesso allo stato solido utilizzando l'accessorio ATIR con punta di diamante: **FARE MOLTA ATTENZIONE A NON**

ROMPERLO (COSTO 4500 €). Confrontare questo spettro con quello di TTAH: che variazione si osserva nella banda di stretching C=O?

Suggerimenti per la relazione:

Indicare le reazioni chimiche che avvengono, le rese ottenute, commentare lo spettro UV-Visibile in assorbimento, lo spettro in emissione e lo spettro IR e correlare le variazioni osservate con la natura del complesso.