

LABORATORIO DI CHIMICA INORGANICA

Federico Franco

federico.franco@units.it tel. 040 558-3992 (lab 404)

Ricevimento: tutti i giorni dopo le 16 oppure previo appuntamento

Libri di testo: gli stessi proposti dal Prof. Alessio
fotocopie del docente

Moodle: troverete 3 file che si chiamano:

Esper_n: procedura dell'esperienza **parte sperimentale;**

Esper_n_prelab: discussione **prima** dell'esperienza;

Esper_n_postlab: discussione **dopo** l'esperienza.

Esame finale: un unico esame con l'esame di Chimica Inorganica;

presentazione delle **relazioni di laboratorio** che
comprendono gli spettri registrati **ALMENO 15 giorni prima**
della data d'esame

STRUTTURA DEL CORSO

Lezioni Teoriche

Giovedì 07/11

Giovedì 14/11

Giovedì 21/11

Giovedì 28/11

Giovedì 05/12

Giovedì 12/12

Date indicative

Introduzione alle esperienze
di laboratorio (pre-Lab) e
discussione dei risultati
(post-Lab)

Laboratorio

Lun. 14.00 – 18.00

Mart. 14.00 – 18.00

Dal 11/11

6 - 7 esperienze

**FOTOCOPIA DEL
CERTIFICATO DEL
CORSO SULLA
SICUREZZA**



SUDDIVISIONE NEI LABORATORI

LAB. 370

Pietro Colomba- Giacomo Boer
Pietro Simoni - **Tecla Urban**
Aurora Covra- David Griffiths
Matilde Sfiligoi- Ettore Dragna
Pietro Carrara- Paolo Sterni
Maia Lunardelli - Federico Zorzenon
Daniele Ciampa - Remi' Martina

LAB. 360

Fabio Zadra - Edoardo Buoso
Luca Tolomeo - Brigitte Varinelli
Lucas Gomez - Eliana Techera
Denida Doda - Chiara Anzolin
Davide Baldassarre- Daniel Maricchio
Alessandro Lubin - Massimo Vidotto-
Giacomo Loggia

*** Attestato di sicurezza mancante**

ELENCO ESPERIENZE

- 1 – Sintesi di acetilacetato complessi di metalli di transizione
- 2 – Sintesi e caratterizzazione di $[\text{VO}(\text{acac})_2]$: l'effetto solvatocromico
- 3 – Determinazione del Δ_o in complessi di Cr(III)
- 4 – Isomeria di legame e geometrica in complessi di rame
 - A. Sintesi di un complesso di rame con dimetil solfossido (DMSO)
 - B. Sintesi di due isomeri geometrici *cis* e *trans* di un complesso di rame bis-glicinato
- 5 – Sintesi di un complesso di Eu(III): esempio di un complesso fluorescente
- 6 – Sintesi di complessi ottaedrici omolettici di ferro con leganti bidentati
- 7 – Sintesi di un complesso di Cu(II) con base di Schiff ed effetto chelante

ESPERIENZA JOLLY

CALENDARIO ESPERIENZE LABORATORIO

	11/11	12/11	18/11	19/11	25/11	26/11	02/12	03/12	09/12
Gruppo 1 LAB 370	1A	1B	2	3	4	5	6A	6B	7
Gruppo 2 LAB 360	1A	1B	3	2	5	4	7	6A	6B

Il regolamento didattico prevede una **frequenza obbligatoria (pari all'80%)** alle esercitazioni pratiche di laboratorio

E' prevista una **giornata di recupero** al termine del ciclo di esperienze (indicativamente, il giorno 10/12)

Inizio ore 14

SICUREZZA IN LABORATORIO

Indossare sempre la visiera, la mascherina e il camice;

Utilizzare opportunamente i guanti;

Leggere le frasi H ed P dei reagenti (le schede di sicurezza dei reagenti utilizzati nell'esperienza sono disponibili in laboratorio);

Usuali norme di sicurezza di un laboratorio chimico;

Non inquinare i reagenti!!!

Seguire le norme di sicurezza specifiche per il singolo esperimento.

Lavorare in coppia vuol dire collaborare insieme sulla stessa reazione e **NON** fare diverse reazioni in contemporanea!

Evitare assembramenti nelle operazioni comuni: pesate, uso degli spettrometri, etc.

Le esperienze verranno divise per laboratorio (2 gruppi)

IL QUADERNO DI LABORATORIO

Il quaderno deve riportare la procedura in modo preciso ed accurato, in modo tale che **la procedura possa essere riprodotta** solo leggendo il quaderno.

Consiste di diverse parti:

Pre-lab: riportare il titolo dell'esperimento; lo scopo; leggere la procedura; le frasi di rischio dei reagenti; scrivere le reazioni chimiche bilanciate.

Lab-observations: riportare le esatte quantità pesate o misurate di reagenti e prodotti; riportare i calcoli; riportare tutte le osservazioni fatte durante l'esecuzione dell'esperimento: variazioni di colore, sviluppo di gas, precipitazione di un solido, variazioni di pH, etc.

Post-lab: la caratterizzazione dei prodotti ottenuti; riportare l'analisi dei risultati; commentare rispetto alla letteratura; commentare eventuali errori; riportare le conclusioni.

Un quaderno a fogli fissi, non fogli mobili.

Va scritto in penna e non a matita.

E' un **documento legale**: tutte le pagine vanno numerate e siglate, devono riportare la data dell'esperimento.

Quaderni elettronici con appropriati software.

OBIETTIVI DEL CORSO

- Acquisire dimestichezza con le procedure sperimentali di **sintesi e manipolazione** dei composti di coordinazione
- Acquisire le conoscenze sperimentali di base sulle **tecniche di caratterizzazione** dei composti di coordinazione sia allo stato solido che in soluzione (IR, UV-Visibile, NMR, fluorescenza, tecniche calorimetriche, tecniche elettrochimiche)
- Verifica sperimentale dei **principi di chimica di coordinazione** studiati nel corso teorico.

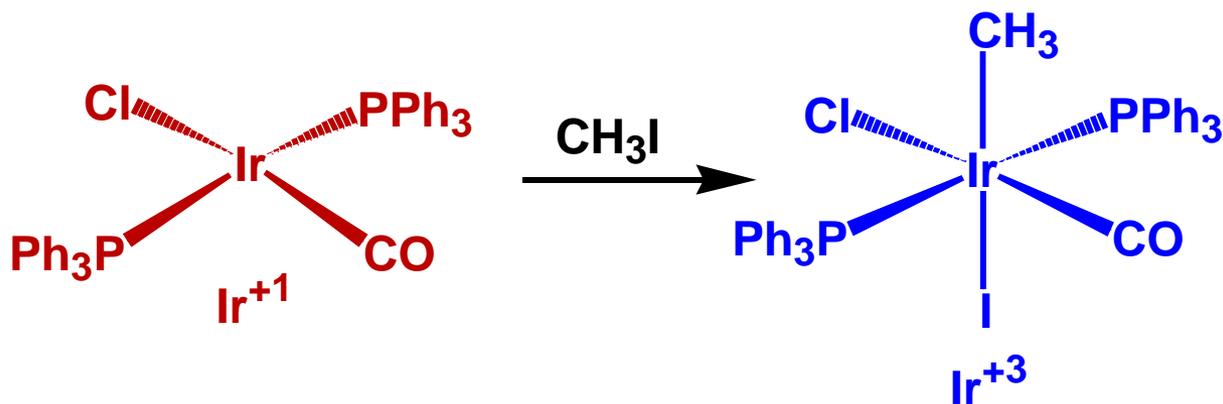
I COMPOSTI DI COORDINAZIONE

o **COMPLESSI** sono atomi o ioni metallici circondati da **leganti**.
Un **LEGANTE** è uno ione o una molecola che può esistere come entità indipendente.

SINTESI DEI COMPOSTI DI COORDINAZIONE

a) Reazioni di sostituzione: $M-X + Y \longrightarrow M-Y + X$

b) Reazioni di ossidoriduzione: a sfera interna o a sfera esterna; reazioni di addizione ossidativa e reazioni di eliminazione riduttiva.



c) Reazioni di inserzione

d) Reazioni di metatesi

QUALI SONO LE EVIDENZE SPERIMENTALI CHE LA REAZIONE DI SINTESI SIA AVVENUTA?

SISTEMA INIZIALE



SISTEMA FINALE

**Sospensione
solido in liquido**

Soluzione

Soluzione

**Formazione di un
precipitato**

Soluzione

Variazione di colore

Soluzione

Sviluppo di gas

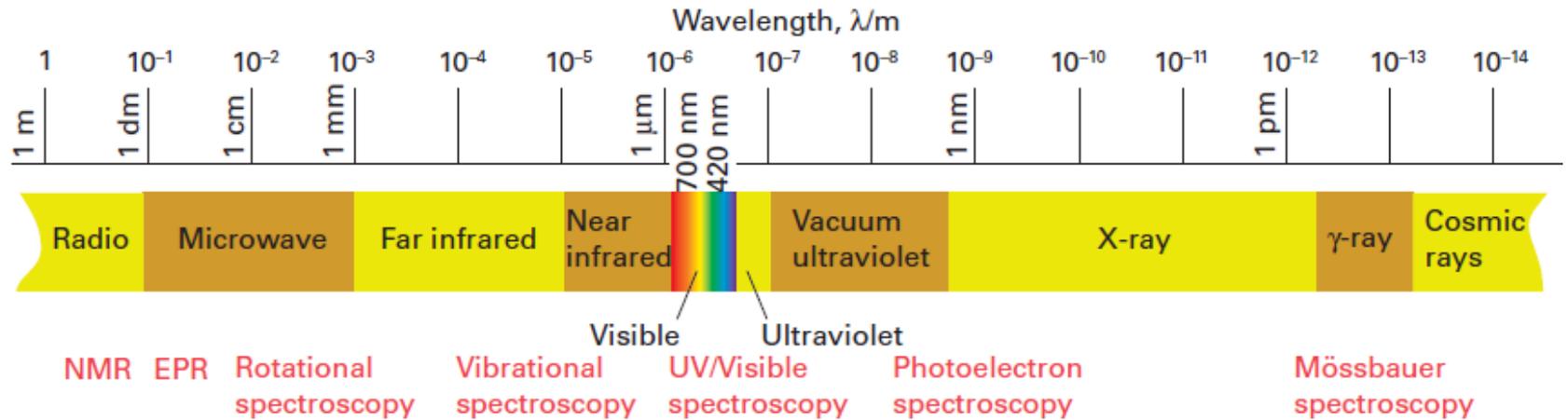
Soluzione

Soluzione invariata

CARATTERIZZAZIONE DEI COMPOSTI DI COORDINAZIONE

- Il composto sintetizzato è puro?
- È un composto noto?
- Qual è la sua composizione percentuale e la sua massa molare?
- Quali sono i gruppi funzionali presenti?
- Come sono legati tra di loro questi gruppi funzionali?
- Qual è la simmetria della molecola?
- Quali sono le distanze e gli angoli di legame?
- Cosa possiamo dire della sua struttura elettronica?

Alcuni Metodi Fisici Applicati per la Caratterizzazione dei Composti



Tecniche calorimetriche (TGA, DSC...)

Tecniche elettrochimiche (Voltammetria Ciclica...)

Mass Spectrometry

...

Alcuni Metodi Fisici Applicati per la Caratterizzazione dei Composti

Table 1.1 Uses of some physical techniques in determining structures

Information sought	Phase of sample		
	Gas	Liquid or solution	Solid
Fingerprint ^a	IR *Microwave Mass spec. UV/vis *UPS	IR, R NMR Mass spec. ^b UV/vis	IR, R Powder X-ray diffraction Mass spec. ^b UV/vis
Groups present	IR Mass spec. NMR	IR, R Mass spec. ^b NMR	IR, R Mass spec. ^b *NMR *Mössbauer
Molecular symmetry	IR ^c *Microwave **ED	IR, R NMR	IR, R *NMR **NQR Single crystal X-ray diffraction
Bond lengths and angles	IR, R ^d *Microwave **ED	***EXAFS LCMNR	Single crystal X-ray diffraction ***Neutron diffraction
Electronic structure ^e	UV/vis *UPS ESR	UV/vis ESR *XPS	UV/vis *UPS *XPS *Mössbauer **NQR Single crystal X-ray and neutron diffraction