

Esperienza N° 8 (JOLLY)

Sintesi del complesso ferriossalato di potassio triidrato ($K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$) e studio di una reazione fotochimica

Sicurezza: Le schede di sicurezza di ciascun reagente impiegato nell'esperienza sono disponibili in laboratorio e devono essere consultate prima di eseguire ogni esperienza

Scopo dell'esperienza: Sintesi e ricristallizzazione del complesso foto-sensibile ferriossalato di potassio triidrato, studio della sua reazione fotochimica e caratterizzazione del composto via spettroscopia UV-Vis e IR.

Reagenti: $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (CAS: 10025-77-1), $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ (CAS: 487-48-5), 1,10-fenantrolina (phen) (CAS: 5144-89-8), acetato di sodio triidrato (CAS: 6131-90-4), acido solforico (CAS: 7664-93-9).

Sicurezza: La 1,10-fenantrolina e i suoi derivati sono tossici per ingestione; l'ossalato di potassio è nocivo se ingerito o a contatto con la pelle; l'acido solforico provoca gravi ustioni cutanee e gravi lesioni oculari.

Apparecchiatura: beuta o becker da 50-100 mL, pipetta graduata, propipetta, imbuto di Buchner con gukko, carta da filtro, beuta codata, ancoretta magnetica, agitatore e piastra riscaldante.

N.B. Il ferriossalato di potassio è un composto estremamente sensibile alla luce!! Evitare o minimizzare l'esposizione delle soluzioni alla luce, utilizzando fogli di alluminio.

Sintesi del ferriossalato di potassio triidrato: lavorare sempre sotto cappa! In una beuta da 50-100 mL, vengono sciolte 66 mmol di $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ in 15 mL di acqua. La soluzione viene posta a bagnomaria (55 °C) in vigorosa agitazione fino a completo scioglimento dell'ossalato di potassio. Nel frattempo, in un becker separato viene preparata una soluzione contenente 22 mmol di $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ in 5 mL di acqua e questa soluzione viene aggiunta alla miscela, mantenendo quest'ultima in costante agitazione e a bagnomaria. Una volta terminata l'aggiunta, la miscela viene mantenuta a bagnomaria (45 °C) per 40 minuti. Al termine di questo tempo, la miscela viene rimossa dalla piastra riscaldante e lasciata raffreddare a temperatura ambiente, avendo cura di minimizzare l'esposizione della soluzione alla luce. In seguito al raffreddamento, si dovrebbe osservare la formazione di cristalli verdi sul fondo della beuta. La cristallizzazione del prodotto viene completata immergendo la miscela in un bagno di ghiaccio per almeno 30 minuti. Una volta completata la cristallizzazione, i cristalli vengono rimossi per filtrazione alla pompa su Buchner e lavati con 3-4 mL di acqua fredda.

Al termine della filtrazione, i cristalli del prodotto vengono ricristallizzati, sciogliendo una certa quantità di prodotto in un minimo volume di acqua a 65 °C e lasciando raffreddare lentamente la miscela a temperatura ambiente. Conservare i cristalli di prodotto in un portacampioni in vetro ambrato.

Tempo richiesto: 1.5 h

Caratterizzazione dei prodotti. Registrare uno **spettro UV-Vis** in 0.1 M H_2SO_4 (0.001 M) e uno **spettro ATR** del composto sintetizzato.

Procedura per l'osservazione qualitativa della reazione fotochimica del ferriossalato di potassio: lavorare sempre sotto cappa! Evitare l'esposizione alla luce delle soluzioni. Vengono preparate le seguenti due soluzioni:

A) una soluzione 0.15 M di ferriossalato di potassio in 0.05 M H_2SO_4

B) una soluzione contenente 22.5 g di sodio acetato triidrato, 100 mg di 1,10-fenantrolina in 100 mL di 0.5 M H₂SO₄

A questo punto, 3 mL di soluzione A contenente il ferriossalato di potassio vengono aggiunti rispettivamente a due provette: di queste ultime, una provetta viene lasciata in un cassetto al buio, mentre l'altra viene esposta all'illuminazione della cappa per un certo intervallo di tempo (es. 10-15 minuti). Al termine di questo tempo, 500 µL di soluzione B viene aggiunta ad entrambe le soluzioni contenute nelle due provette. Dopo un breve periodo di incubazione (15 minuti) in cui le due provette vengono lasciate riposare **al riparo dalla luce**, viene registrato uno spettro UV-Vis di ciascuno dei due campioni con una cuvetta in quarzo e misurato l'assorbimento a 510 nm.

Suggerimenti per la relazione:

Indicare le reazioni chimiche che avvengono, le rese ottenute, commentare gli spettri UV-Vis e IR del composto sintetizzato e discutere la sua reazione fotochimica.