

Esperienza N° 6

Sintesi di un complesso di Cu(II) con una base di Schiff

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 ed isolamento di una base di Schiff e del corrispondente complesso di Cu(II), caratterizzazione via ^1H NMR in soluzione di CDCl_3 del legante e spettroscopia IR.

Reagenti: $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (CAS: 6046-93-1), etilendiammina (CAS: 107-15-3), acetilacetone (= 2,4-pentandione) (CAS: 123-54-6), metanolo (CAS: 67-56-1), etere etilico (CAS: 60-29-7).

Sicurezza: L'acetilacetone è un liquido infiammabile, irritante, va manipolato sotto cappa; l'etilendiammina è un liquido nocivo per ingestione, inalazione e assorbimento attraverso la pelle, ed ha un odore irritante, va manipolato sotto cappa. $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ è nocivo per ingestione ed inalazione delle polveri, ed è irritante per la pelle, va manipolato sotto cappa.

Apparecchiatura: pallone da 50-100 mL a un collo (1° step) o a 1-2 colli (2° step) pipetta graduata, propipetta, imbuto di Buchner con gukko, carta da filtro, beuta codata, ancoretta magnetica, agitatore e piastra riscaldante.

Sintesi di una base di Schiff da etilendiammina e acetilacetone (acac₂en): lavorare sempre sotto cappa! In un pallone da 100 mL, sciogliere 50 mmol di 2,4-pentandione (MM = 100.12 g/mol; ρ = 0.972 g/mL) in 5 mL di metanolo. Il pallone viene immerso in un bagno di ghiaccio e lasciato sotto agitazione. In un becker a parte 25 mmol di etilendiammina (MM = 60.10 g/mol; ρ = 0.899 g/mL) vengono sciolte in altri 5 mL di metanolo e la miscela viene anch'essa raffreddata in bagno di ghiaccio. A questo punto, la soluzione contenente etilendiammina in metanolo viene **aggiunta lentamente a freddo** alla miscela contenuta nel pallone, mantenendo quest'ultima in costante agitazione. Una volta completata l'aggiunta, lasciare la miscela di color giallo pallido sotto agitazione in bagno di ghiaccio per qualche minuto e successivamente a temperatura ambiente per 20 minuti. Al termine di questo tempo, viene rimossa l'agitazione e il solvente viene concentrato al rotavapor. La miscela viene dunque filtrata alla pompa e il solido bianco sul filtro viene lavato con etere etilico. Il solido viene lasciato asciugare sul filtro per qualche minuto e successivamente pesato per calcolare la resa della reazione.

Sintesi del complesso di Cu(II) con la base di Schiff: lavorare sempre sotto cappa! In un pallone da 50-100 mL, 5 mmol della base di Schiff ottenuta nello stadio precedente (acac₂en) vengono sciolti in 10 mL di metanolo. La miscela viene lasciata in agitazione a temperatura ambiente fino al completo scioglimento della base di Schiff. Mantenendo la miscela in agitazione, vengono aggiunte al pallone (lentamente) 5 mmol di $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (MM = 199.65 g/mol) in fase solida. La miscela viene dunque lasciata a riflusso per 1 ora. Si dovrebbe osservare il passaggio della soluzione a un colore viola.

Al termine della reazione, la miscela viene rimossa dalla piastra riscaldante e lasciata raffreddare a temperatura ambiente. Se non si osserva la formazione di un precipitato, aggiungere 5-10 mL di acqua alla miscela e lasciare quest'ultima a riposo. Lasciare eventualmente a riposo la miscela per tutta la notte. Successivamente, il precipitato di color rosso scuro-viola viene filtrato alla pompa e lavato più volte con acqua ed etere etilico. Una volta asciutto, il solido viene raccolto e pesato per calcolare la resa della reazione.

Tempo richiesto: 2.5 h

Caratterizzazione dei prodotti. Discussione degli spettri IR allo stato solido della base di Schiff e del complesso di Cu(II); commento dello spettri NMR (^1H , ^{13}C in CDCl_3) della base di Schiff.

Analisi ATR della base di Schiff e del corrispondente complesso di Cu(II) allo stato solido.

Suggerimenti per la relazione:

Indicare le reazioni chimiche che avvengono, le rese ottenute, commentare gli spettri ATR ed NMR dei composti sintetizzati.