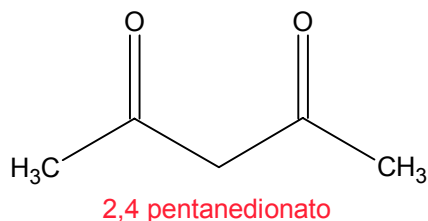


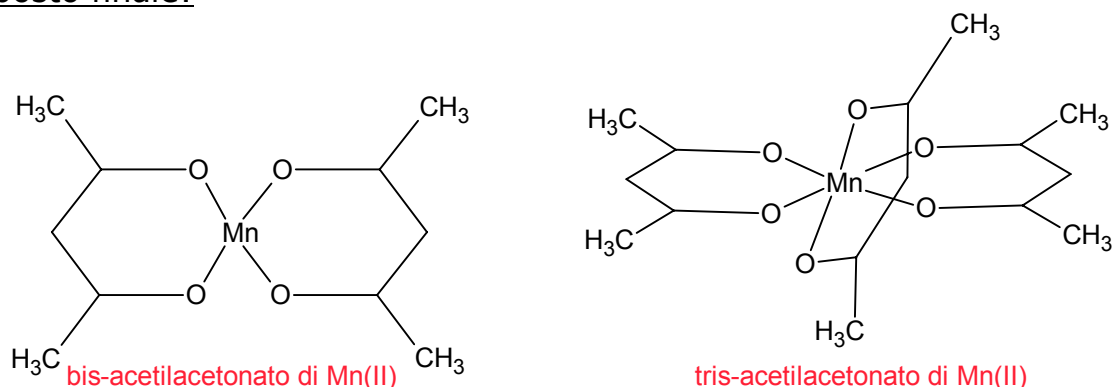
# SINTESI DEL TRIS-ACETILACETONATO DI Mn(III)

## REAZIONI:

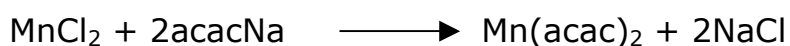
Composto iniziale:



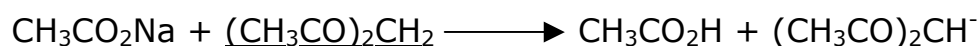
Composto finale:



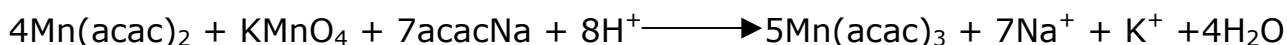
Reazione 1:



Reazione 1bis di formazione dell'acac =  $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{CH}^-$ :



Reazione 2:



## TAVOLE DEI REATTIVI

$\text{MnCl}_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_4$	P.M. 197,91	1,251 g	6,321 mmoli	CAS 13446-34-9	R:20/21/22 S:7-45
AcONa	P.M. 82,035	2,072 g	25,257 mmoli	CAS 127-09-3	
acetilacetone	P.M. 100,11 d:0,972	5 ml	48,546 mmoli	CAS 123-54-6	R:10-22 S:21-23-24/25
$\text{KMnO}_4$	P.M. 158,04	0,263 ml	48,546 mmoli	CAS 7722-64-7	R:8-22 S:

### **PROCEDIMENTO:**

Sciogliere 1,25 g di cloruro di manganese(II)tetraidrato e 2,0 g di acetato di sodio monoidrato in 30 ml di acqua. Aggiungere lentamente a questa soluzione, sotto agitazione, 5 ml di acetilacetone. Trattare il risultante sistema a due fasi con una soluzione acquosa di permanganato di potassio (0,25 g in 15 ml di acqua). Dopo pochi minuti aggiungere, sempre agitando, una soluzione di acetato di sodio monoidrato (2,0 g in 20 ml di acqua).

Attenzione se si ha l'acetato di sodio triidrato bisogna solubilizzare 3,25 g e non 2,0

Scaldare la soluzione a circa 60°C per 10 minuti, raffreddare in ghiaccio e filtrare su buchner. Lavare il prodotto, marrone scuro, con acqua ghiacciata. Asciugare alla pompa.

### **Ricristallizzazione:**

Il prodotto viene sciolto in circa 5 ml di toluene caldo, filtrato, raffreddato a temperatura ambiente, e riprecipitato per aggiunta di circa 20 ml di etere di petrolio (attenzione alle fiamme libere!!) Conservare il prodotto ben asciutto per la misura del momento magnetico.

### **CONSIDERAZIONI PRATICHE:**

Il solido cristallizzato si presenta color nero carbone, molto fine. L'acetilacetone appartiene alla categoria dei  $\beta$ -dichetoni, composti in grado di formare anioni stabili in seguito a enolizzazione. Gli ioni che si formano per deprotonazione formano complessi chelati molto stabili con una grande varietà di ioni metallici tra cui il Mn(II) e Mn(III).

Il più comune di questi ioni ed è anche quello usato nel nostro esperimento è l'acetilacetionato o 2,4-pentanedionato.

Questo ione è un esempio di legante bidentato poiché sono presenti due atomi donatori. La coordinazione che ne deriva con un atomo metallico fanno sì che si possa avere un anello con proprietà pseudo-aromatiche. Nell'esperimento l'aggiunta in un secondo tempo di acetato di sodio è volta a neutralizzare l'acidità che si libera e che sarebbe capace di far invertire l'andamento della reazione.

### **CALCOLO DELLA RESA DI REAZIONE:**

Tara vetrino: 26,448 g

Lordo vetrino + prodotto: 27,781 g

Netto prodotto: 1,333 g

P.M. Mn(acac)<sub>3</sub>: 351,41 g\*mole<sup>-1</sup>

Moli finali: 3,793 mmoli

Resa = moli finali / moli teoriche = 3,793 mmoli / 7,90 mmoli = **48,01%**

## MISURA DI MOMENTO MAGNETICO:

In questa misura utilizziamo la bilancia di Evans la quale ci restituisce il valore della **suscettività specifica**  $\chi_g$ :

$$\chi_g = \frac{C * l * (R - R_0)}{m * 10^9}$$

dove: **C** è la costante di calibrazione della bilancia, **l** è l'altezza in cm del campione del tubetto, **m** è il peso del campione in grammi, **R** è la lettura ottenuta per il tubetto contenente il campione e  $R_0$  è la lettura ottenuta per il tubetto vuoto.

Dalla suscettività specifica, si può calcolare la **suscettività molare** mediante la relazione  $\chi_m = \chi_g * PM$  dove PM è il peso molecolare della sostanza.

Al valore di  $\chi_m$  si sottraggono le correzioni diamagnetiche tabulate dovute agli altri atomi nella molecola.

$$\chi_m^{corr} = \chi_m - \text{correzioni diamagnetiche}$$

Nota il valore corretto della suscettività molare e la temperatura alla quale la misura è stata eseguita, è possibile ricavare il **momento magnetico effettivo**  $\mu_{eff}$  dello ione responsabile del paramagnetismo, dall'applicazione della equazione:

$$\mu_{eff} = 2,823 * \sqrt{\chi_m^{corr} * T}$$

che viene poi confrontato con il valore teorico  $\mu$  di solo spin:

$$\mu_{eff} = \sqrt{n(n+2)}$$

**Suscettività specifica**  $\chi_g = \frac{1,07 * 2,3 * (1301 - (-0,32))}{0,1259 * 10^9} = 2,5437 * 10^{-5}$

**Suscettività molare**  $\chi_m = 2,5437 * 10^{-5} * 351,41 = 0,008938$

**Suscettività molare corretta**  $\chi_m = 0,008938 - 1,78 * 10^{-4} = 0,008761$

**Momento magnetico**  $\mu_{eff} = 2,823 * \sqrt{0,008761 * 302,6} = 4,596$