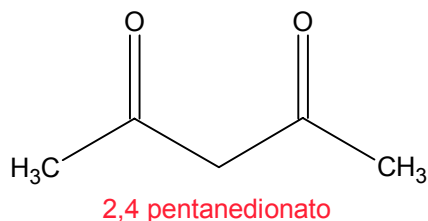


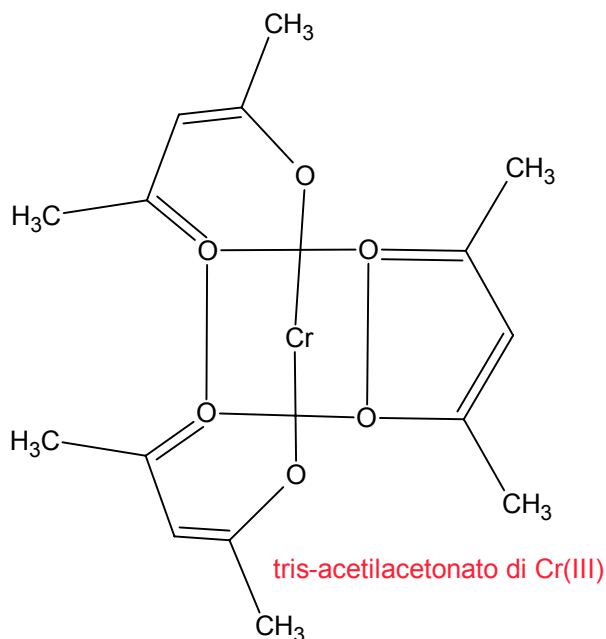
SINTESI DEL TRIS-ACETILACETONATO DI Cr(III)

REAZIONI:

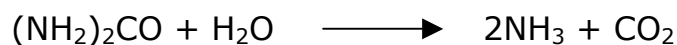
Composto iniziale:



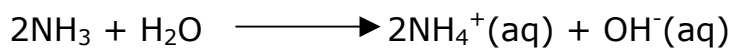
Composto finale:



Reazione 1 idrolisi termica urea:



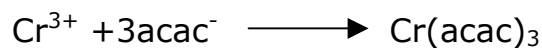
Reazione 2 equilibrio acquoso ammoniacale:



Reazione 3 deprotonazione acetilacetone:



Reazione 3 deprotonazione acetilacetone:



TAVOLE DEI REATTIVI

$\text{CrCl}_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_6$	P.M. 197,91	0,715 g	2,6845 mmoli	CAS 13446-34-9	R:20/21/22 S:7-45
Urea	P.M. 60,06	5,0 g		CAS 57-13-6	
acetilacetone	P.M. 100,11 d:0,972	0,975 g	9,7387 mmoli	CAS 123-54-6	R:10-22 S:21- 23-24/25

PROCEDIMENTO:

Aggiungere 0,7 g di cloruro di cromo (III) a 30 ml di acqua distillata, in un pallone da 100 ml. Dopo aver sciolto completamente il sale aggiungere 5 g di urea e 1,5 g di acetilacetone. Quindi mettere la miscela a riscaldare su un mantello, a ricadere, per circa 60 minuti. L'idrolisi dell'urea con liberazione di ammoniaca promuove la reazione e il prodotto si deposita in forma di cristalli marrone scuro.

I cristalli, separati per filtrazione, sono lavati prima con acqua, poi con poco etanolo (circa 3 gocce) e infine con poco isopropilene (circa 3 gocce), e asciugati in stufa a 110 °C per circa 15-20 min.

Ricristallizzazione:

Sciogliere il composto grezzo in circa 10 ml di toluene a caldo, lasciare raffreddare a temperatura ambiente e aggiungere lentamente 25 ml di n-esano sempre sotto agitazione. Lasciare raffreddare la soluzione in ghiaccio. Filtrare su buchner, lavare con poco esano freddo e asciugare sotto vuoto. Misurare il punto di fusione (216°C)

CONSIDERAZIONI PRATICHE:

Il solido cristallizzato si presenta color porpora, leggermente granuloso. Diversamente dall'esperienza precedente lo ione acetilacetionato non si forma per opera dell'acetato di sodio ma dall'idrolisi dell'urea. L'ammoniaca che si forma dissocia in acqua liberando ioni ammonio, basi forti in grado di deprotonare il metilene attivo.

CALCOLO DELLA RESA DI REAZIONE:

Tara vetrino: 26,451 g
Lordo vetrino + prodotto: 27,065 g
Netto prodotto: 0,614 g
P.M. $\text{Cr}(\text{acac})_3$: 349,34 g*mole⁻¹
Moli finali: 1,7576 mmoli

Resa = moli finali / moli teoriche = 1,7576 mmoli / 2,6845 mmoli = **65,47%**

Punto di fusione determinato = 218 °C

MISURA DI MOMENTO MAGNETICO:

In questa misura utilizziamo la bilancia di Evans la quale ci restituisce il valore della **suscettività specifica** χ_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 χ_m si sottraggono le correzioni diamagnetiche tabulate dovute agli altri atomi nella molecola.

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

Noto il valore corretto della suscettività molare e la temperatura alla quale la misura è stata eseguita, è possibile ricavare il **momento magnetico effettivo** μ_{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 μ di solo spin:

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

Suscettività specifica $\chi_g = \frac{1,07 * 2,35 * (612 - (-0,31))}{0,091 * 10^9} = 1,6919 * 10^{-5}$

Suscettività molare $\chi_m = 1,6919 * 10^{-5} * 349,34 = 0,005910$

Suscettività molare corretta $\chi_m^{corr} = 0,005910 - 1,78 * 10^{-4} = 0,005732$

Momento magnetico $\mu_{eff} = 2,823 * \sqrt{0,005732 * 303} = 3,720$