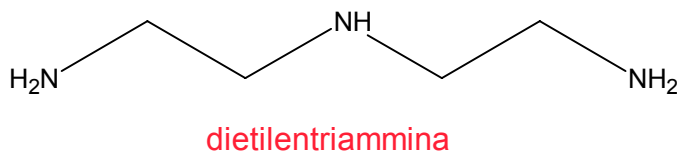


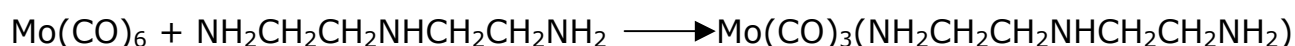
# SINTESI DELLA DIETILENTRIAMMINA TRICARBONILE DI MOLIBDENO

## REAZIONI:

Composto iniziale:



Reazione:



## TAVOLE DEI REATTIVI

Mo(CO) <sub>6</sub>	P.M. 263,94	1,0703 g	4,055 mmoli	CAS 13939-06-5	R:23-24-25 S:45-26-22-36-37-39
diethylentriammina	P.M. 103,166 d: 0,955 p.eb. 199-209 °C	5 ml	46,36 mmoli	CAS 111-40-0	R:21/22-43-52/53 S:26-36/37/39-45

## PROCEDIMENTO:

In un pallone da 50 ml a due colli, montato con un ricadere, si pongono 1 g di molibdeno esacarbonile e 5 ml di diethylentriammina. Si scalda ad alte temperature (170-180 °C) sotto agitazione in un bagno di sabbia per circa 30 minuti. Già dopo pochi minuti si nota la formazione di un composto giallo.

A reazione completa, si versa la miscela in 100 ml di acqua, raffreddata in ghiaccio. A completo raffreddamento si filtra su buchner e si lava prima con acqua e quindi con etanolo. Si lascia asciugare su filtro a lungo.

Conservare il prodotto per registrare lo spettro IR in Nujol.

## CONSIDERAZIONI PRATICHE:

La reazione di per se è piuttosto facile e decorre molto tranquillamente con la formazione di un solido giallo paglierino. Il problema di questi composti, in cui vengono sostituiti 3 molecole di CO con un legante amminico sono nella difficile interpretazione del loro spettro IR. Gli spettri vibrazionali danno delle informazioni importanti sulla natura del legame M-CO. All'aumentare della donazione di elettroni da M a CO, il legame M-C diventa più forte e il legame C≡O diventa più debole. Utili informazioni possono essere ricavate dal confronto delle frequenze di stiramento dei carbonili con quelle di CO libero. La molecola di CO ha una frequenza di stiramento a 2143 cm<sup>-1</sup>.

I gruppi CO terminali nei metallocarbonili neutri hanno invece frequenze nell'intervallo 2130-1850 cm<sup>-1</sup>, il che è indicativo di una riduzione dell'ordine di legame nel CO.

Inoltre, quando vengono introdotte delle variazioni tali che dovrebbero comportare un aumento della retrodonazione di elettroni dal metallo al carbonio, si osserva che le frequenze di CO subiscono uno spostamento a valori ancora più bassi.

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

Tara vetrino: 23,7681 g

Lordo vetrino + prodotto: 24,5380 g

Netto prodotto: 0,7699 g

P.M.  $\text{Co}(\text{CO}_3)\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ : 282,94 g\*mole<sup>-1</sup>

Moli finali: 2,72 mmoli

Resa = moli finali / moli teoriche = 2,72 mmoli / 4,055 mmoli = **67,07 %**

### **IDENTIFICAZIONE IR:**

L'analisi è stata fatta su un piccolo campione di prodotto disperso in Nujol, dallo spettro ricaviamo le seguenti informazioni:

I picchi rispettivamente a 3347,82 e 3282,25 cm<sup>-1</sup> dovrebbero essere il risultato dello stiramento N-H di ammine primarie e secondarie. A 1745,26 cm<sup>-1</sup> potrebbero trovarsi i  $\delta$  N-H di ammine primarie

Infine la banda a 1886,04 cm<sup>-1</sup> corrisponde senza dubbio ai CO del metallocarbonile.