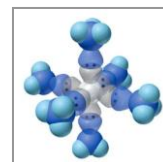


# LABORATORIO DI CHIMICA GENERALE ED INORGANICA II (Laurea triennale in CHIMICA)

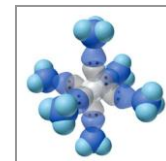


## NORME DI SICUREZZA IN LABORATORIO

1. E' OBBLIGATORIO INDOSSARE IL CAMICE E GLI OCCHIALI PROTETTIVI. Chi fa uso di occhiali da vista è dispensato – se lo desidera – da quello degli occhiali protettivi. L'utilizzo di lenti a contatto è fortemente sconsigliato.
2. E' vietato consumare cibi o bevande, e – naturalmente – fumare.
3. Una volta ricevuta l'assegnazione del posto di lavoro, ogni studente è invitato ad individuare l'uscita di sicurezza più vicina, e l'ubicazione degli estintori, dei lavaocchi e delle docce di emergenza.
4. Gli elementi specifici di rischio connessi con le singole esercitazioni sono messi espressamente in evidenza nelle procedure, ed illustrati dal docente nelle lezioni di introduzione. E' importante che lo studente li comprenda a fondo preventivamente, e sia mentalmente predisposto ad eseguire tempestivamente gli interventi di emergenza opportuni in caso di infortunio.
5. OGNI INFORTUNIO, ANCHE LIEVE, VA RIFERITO IMMEDIATAMENTE AL DOCENTE.
6. E' fondamentale attenersi strettamente alle procedure, astenendosi dal prendere iniziative. In caso di dubbio, il personale docente in loco è sempre disponibile per chiarimenti.
7. Non ingombrare il posto di lavoro ed il pavimento con oggetti personali (cappotti, borse, etc.).

### NOTE:

1. A ciascun gruppo di lavoro di 2 studenti viene assegnato un numero identificativo, un cassetto ed un posto di lavoro.
2. Il numero di gruppo (progressivo) è seguito dalla lettera A o B. I gruppi contraddistinti dalla lettera A afferiscono al I turno di laboratorio, quelli contraddistinti dalla lettera B al II turno (fare riferimento al calendario delle esercitazioni, distribuito in aula insieme con il programma del corso).
3. Prima dell'inizio delle esercitazioni, ciascun gruppo riceverà in consegna dal personale tecnico di laboratorio la dotazione del cassetto assegnato, la controllerà a fronte di apposito elenco e ne assumerà la custodia firmando quest'ultimo. Al termine del corso, previo controllo, la dotazione sarà restituita al personale tecnico.
4. Eventuali rotture o danneggiamenti della dotazione vanno segnalati per iscritto al personale tecnico. In caso di evidente negligenza o trascuratezza, ne verrà richiesto il reintegro a carico dello studente.
5. Ogni studente è tenuto a fornirsi di una dotazione supplementare di carattere personale (v. apposito elenco).

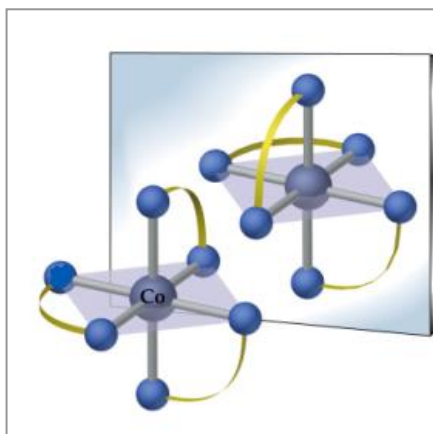


## ESERCITAZIONE N. 1

### Sintesi e caratterizzazione di $\text{Al}(\text{acac})_3$ e $\text{Co}(\text{acac})_3$ (acac = acetilacetionato)

#### Introduzione

Lo ione acetilacetionato,  $[\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3]^-$  (2,4-pentandionato secondo la nomenclatura IUPAC; notazione abbreviata corrente, **acac**) è uno dei più comuni leganti bidentati nella chimica dei composti di coordinazione. Esso si ottiene dall'acetilacetone (2,4-pentandione),  $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$  per perdita di uno dei due protoni metilenici, di carattere acido, in seguito ad una reazione acido-base tipica dei  $\beta$ -dichetoni. Nella coordinazione a metalli, gli atomi di ossigeno dei due gruppi funzionali chetonici, con i loro doppietti elettronici di non legame, fungono da donatori.



In questa esercitazione, vengono sintetizzati due tipici acetilacetionati metallici,  $\text{Al}(\text{acac})_3$  e  $\text{Co}(\text{acac})_3$ . Questi complessi, benchè di eguale stechiometria e geometria molecolare (Figura) nonchè strutturalmente isomorfi, offrono una immediata dimostrazione visiva delle diversità dal punto di vista elettronico e di legame fra metalli "tipici" e metalli di transizione. Infatti, il complesso di Al è bianco, mentre quello di Co(III) è intensamente colorato in verde, per effetto dell'assorbimento nel visibile associato con transizioni elettroniche fra sottolivelli d.

L'esercitazione si articola su due sessioni di laboratorio, dedicate rispettivamente alla sintesi dei complessi, ed alla loro caratterizzazione mediante determinazione del punto di fusione (per entrambi i prodotti) e della densità per flottazione (per il solo  $\text{Al}(\text{acac})_3$ ).

## Procedura sperimentale

**Nota:** La procedura è stata adattata da *Inorganic Syntheses* (1954, 2, 25-26; *ibid.* 1957, 5, 188-189).

### I sessione

#### Sintesi di Al(acac)<sub>3</sub>

Sciogliete in un bicchiere da 250 mL 6.0 g di Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O in 60 mL di acqua distillata. Saggiando il pH con una cartina indicatrice, verificherete che la soluzione è fortemente acida. (Sapete perché?)

In un secondo bicchiere da 250 mL, prelevate 6.0 g (6.2 mL) di acetilacetone e 40 mL di acqua distillata. Noterete che i due liquidi sono immiscibili. Mettete in agitazione magnetica, ed aggiungete goccia a goccia NH<sub>3</sub> (aq, 5 M) fino all'ottenimento di un'unica fase.

Unificate le due soluzioni, e saggiate il pH. Se, com'è probabile, questo risulterà acido, aggiungete ancora goccia a goccia sotto agitazione NH<sub>3</sub> (aq, 5 M) fino a pH neutro. Al(acac)<sub>3</sub>, bianco microcristallino, precipiterà con resa praticamente teorica. Mantenete la sospensione in agitazione ancora per 5 minuti, filtrate il prodotto sotto vuoto su un buchner, ed essiccatelo in stufa a 110°C per almeno 15 minuti.

#### Sintesi di Co(acac)<sub>3</sub>

Predisponete un bagno ad acqua (preferibilmente deionizzata) alla temperatura di 80±5°C.

In una beuta da 250 mL, prelevate 2.5 g di cobalto(II) carbonato basico (2CoCO<sub>3</sub>·Co(OH)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O) e 20 mL di acetilacetone. Immergete la beuta nel bagno ad acqua, e mettete la sospensione in rapida agitazione magnetica.

Trascorsi 5 minuti, aggiungete goccia a goccia, avvalendovi di una buretta, 30 mL di H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (aq, 10% v/v). L'aggiunta dev'essere lenta per evitare la formazione di schiume; regolate la velocità di gocciolamento in modo che l'operazione duri 20-25 minuti (ricordate che 20 gocce corrispondono in media a 1.0 mL).

Noterete prodursi inizialmente una viva effervescenza (se dovesse diventare "troppo viva", sospendete temporaneamente l'aggiunta di H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), e la fase liquida assumerà un colore verde via via più scuro. Al procedere della reazione, Co(acac)<sub>3</sub> comincerà a separare in forma di cristalli di colore verde scuro.

Terminata l'aggiunta di H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, lasciate la beuta a caldo sotto agitazione ancora per 5 minuti. Estratela quindi dal bagno, aspettate che si porti a temperatura ambiente ed immergetela in un bagno di ghiaccio e sale per 15 minuti. Filtrate rapidamente il prodotto sotto vuoto su un buchner, ed essiccatelo in stufa a 110°C per almeno 15 minuti.

## Il sessione

La sessione di caratterizzazione prevede:

### a) Determinazione del punto di fusione da capillare di $\text{Al}(\text{acac})_3$ e $\text{Co}(\text{acac})_3$

Macinate bene in mortaio un'aliquota di ciascun composto, ed impaccatela in un capillare per un'altezza di almeno 0.5 cm. Attendete di essere chiamati ad eseguire la misura presso il vostro posto di lavoro. I valori di letteratura sono:  $T_f = 192\text{-}194^\circ\text{C}$  per  $\text{Al}(\text{acac})_3$ ;  $T_f = 208\text{-}210^\circ\text{C}$  per  $\text{Co}(\text{acac})_3$ .

### I-b) Determinazione della densità di $\text{Al}(\text{acac})_3$ mediante flottazione

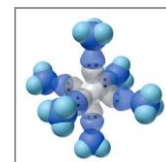
Il vostro obiettivo è realizzare una sospensione del composto in una miscela di due non-solventi perfettamente miscibili, le cui densità sono rispettivamente più bassa e più alta di quella del composto stesso ( $d_{20^\circ\text{C}} = 1.27 \text{ g cm}^{-3}$ ), dosandone le proporzioni in modo da conseguire la condizione di "flottazione" (i.e., quella nella quale le densità della fase liquida e della fase solida sono identiche, per cui quest'ultima non mostra tendenza né a decantare né a galleggiare).

In questo caso, i due non-solventi sono acqua distillata ( $d_{20^\circ\text{C}} = 0.997 \text{ g cm}^{-3}$ ), ed una soluzione acquosa satura di NaBr ( $d_{20^\circ\text{C}} = 1.45 \text{ g cm}^{-3}$ ). Cominciate col prelevare in una provetta da centrifuga 3.0 mL di acqua distillata, e 3.0 mL di NaBr(aq, sat). Mescolate bene insufflando aria con una pasteur, ed aggiungete quindi una punta di spatola di  $\text{Al}(\text{acac})_3$ . Agitate nuovamente insufflando aria, ed osservate il comportamento della sospensione: se i cristalli tendono a decantare (i.e., se sono più densi della fase liquida), aggiungete ulteriore soluzione di NaBr; se invece tendono a galleggiare, aggiungete acqua distillata. Le aggiunte vanno eseguite in aliquote di poche gocce, agitando bene fra un'aliquota ed un'altra in modo da verificarne l'effetto.

Quando vi sembra che i cristalli siano in flottazione, sottoponete la sospensione a centrifugazione. Se non vi siete sbagliati, all'uscita dalla centrifuga la condizione di flottazione sarà stata mantenuta.

A questo punto, trasferite la sospensione in un matraccio tarato da 5.0 mL, portate a volume, e pesate su una bilancia analitica. La densità di  $\text{Al}(\text{acac})_3$  sarà ovviamente quella del contenuto del matraccio.

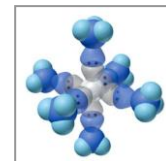
LABORATORIO DI CHIMICA GENERALE ED INORGANICA II  
(Laurea triennale in Chimica)



ESERCITAZIONE N. 1

Dotazione del posto di lavoro (I sessione)

Check	Descrizione	Quantità	Note
	Bicchieri in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 250 mL	2	
	Cilindro graduato in vetro da 100 mL	1	
	Cilindro graduato in vetro da 10 mL	1	
	Cristallizzatore in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 500 mL	1	
	Beuta in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 250 mL	2	
	Beuta in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 100 mL	1	
	Beuta codata in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 250 mL	1	
	Anello di Gooch $\varnothing$ 45/20 mm	1	
	Imbuto Buchner in porcellana $\varnothing$ 60 mm	1	
	Imbuto per filtrazione in vetro $\varnothing$ 60 mm	1	
	Termometro 0-200°C	1	
	Buretta da 50 mL	1	Extra-dotazione
	Pinza di sostegno a chele tonde $\varnothing$ 30 mm	1	Extra-dotazione
	Pinza di sostegno per buretta	1	Extra-dotazione
	Carta da filtro	q.b.	Extra-dotazione



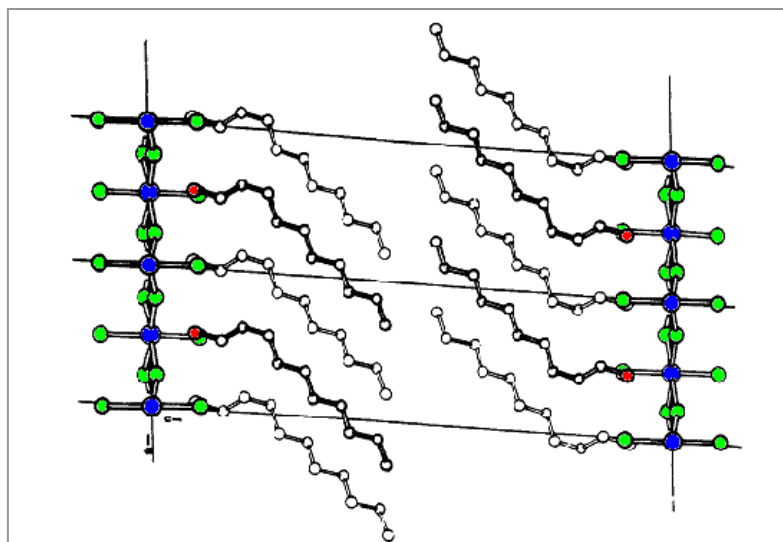
## ESERCITAZIONE N. 2

### Sintesi e caratterizzazione di $(n\text{-C}_{12}\text{H}_{25}\text{NH}_3)_2\text{CuCl}_4$

#### Introduzione

La distinzione fra chimica inorganica e chimica organica è, nella realtà, molto meno netta di quanto un'impostazione didattica tradizionale possa far pensare. L'evidenza non deriva soltanto dal grande territorio di confine della chimica organometallica (cioè dei composti contenenti legami metallo-carbonio), ma anche dalla grande varietà di composti "ibridi" organo-inorganici, uno dei quali verrà preparato in questa esercitazione.

Il tetraclorocuprato di bis(dodecilammonio) è un solido cristallino dalla caratteristica struttura a strati (come mostrato in figura per l'omologo sale di decilammonio). La parte inorganica è costituita da un macroanione complesso "bidimensionale" di composizione  $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ , in cui il Cu(II) è in coordinazione ottaedrica, con quattro leganti  $\text{Cl}^-$  equatoriali a ponte e due assiali terminali; quella organica da doppi strati di cationi alchilammonio, con le lunghe catene alchiliche largamente in conformazione zig-zag planare. Il *leit-motiv* è quindi un "sandwich" strato organico/strato inorganico/strato organico, che si ripete lungo un asse.



Nella regione in cui i terminali di catena metilici si affacciano, il reticolo è tenuto insieme solo da forze di Van der Waals; ciò ne spiega la facile sfaldabilità parallelamente agli strati, ed il caratteristico aspetto di "piattina" dei bei cristalli dall'aspetto metallico. Questi sono contraddistinti da un notevole termocromismo (cioè dalla proprietà di cambiare colore con la temperatura): da giallo-limone a temperatura ambiente a giallo-arancio a  $T = 80\text{-}100^\circ\text{C}$ . Il fenomeno è da ricondursi alla crescente distorsione tetragonale

dello ione Cu(II), che con la sua configurazione elettronica  $[\text{Ar}]3d^9$  è un classico caso di effetto Jahn-Teller.

Un'altra proprietà insolita del composto emergerà durante la caratterizzazione chimico-fisica e strutturale, che prevede il ricorso alla diffrazione dei raggi X da polveri ed alla calorimetria differenziale a scansione (DSC).

**ATTENZIONE:**

- HCl (aq, conc.) E' TOSSICO ED IRRITANTE PER INALAZIONE E CONTATTO. IN CASO DI CONTATTO ACCIDENTALE, LAVATE IMMEDIATAMENTE LA PARTE CON ACQUA ABBONDANTE.
- L'1-AMMINODODECANO PUO' AVERE AZIONE IRRITANTE SU PELLE E MUCOSE. EVITATENE IL CONTATTO.

**Procedura sperimentale**Sintesi di  $(n\text{-C}_{12}\text{H}_{25}\text{NH}_3)_2\text{CuCl}_4$ 

In un bicchiere da 250 mL, sciogliete 2.30 g (13.5 mmol) di  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in 40 mL di etanolo (95%).

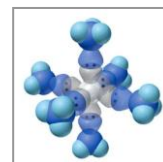
In un secondo bicchiere da 250 mL, sciogliete 5.00 g (27.0 mmol) di 1-amminododecano in 60 mL di etanolo (95%), operando a caldo (50-60°C) sotto agitazione magnetica su una piastra agitante/riscaldante. A dissoluzione completata, aggiungete goccia a goccia con una pasteur HCl(aq, conc), fino ad ottenere saggio leggermente acido con una cartina indicatrice.

Unificate quindi le due soluzioni, e controllate nuovamente il pH. Ove questo non fosse leggermente acido, aggiungete ancora goccia a goccia HCl(aq, conc). Lasciate la soluzione a caldo sotto agitazione per qualche minuto, quindi fate raffreddare fino a temperatura ambiente. Il tetraclorocuprato di bis(dodecilammonio) precipiterà in forma di bei cristalli di colore giallo-limone. Per completare la precipitazione, trasferite il bicchiere, coperto con Parafilm<sup>®</sup>, in un congelatore, lasciandovelo per circa 15 minuti. Filtrate quindi sotto vuoto su un imbuto buchner, e lavate con un'aliquota di etere di petrolio.

Caratterizzazione di  $(n\text{-C}_{12}\text{H}_{25}\text{NH}_3)_2\text{CuCl}_4$ 

In sessioni successive, il prodotto verrà caratterizzato mediante diffrazione dei raggi X da polveri e calorimetria differenziale a scansione (DSC), come da calendario e previo appuntamento con il docente.

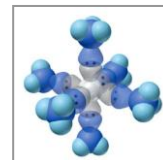
LABORATORIO DI CHIMICA GENERALE ED INORGANICA II  
(Laurea triennale in Chimica)



ESERCITAZIONE N. 2

Dotazione del posto di lavoro

Check	Descrizione	Quantità	Note
	Bicchieri in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 250 mL	2	
	Cilindro graduato in vetro da 100 mL	1	
	Cristallizzatore in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 500 mL	2	
	Beuta codata in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 250 mL	1	
	Anello di Gooch $\varnothing$ 45/20 mm	1	
	Imbuto Buchner in porcellana $\varnothing$ 60 mm	1	
	Termometro 0-200°C	1	
	Carta da filtro	q.b.	Extra-dotazione



## ESERCITAZIONE N. 3

### Sintesi di $\text{NiCl}_2$ da $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ per reazione con $\text{SOCl}_2$

#### Introduzione

Se si eccettuano i gas nobili più leggeri (He, Ne, Ar), tutti gli elementi del sistema periodico formano alogenuri, composti in genere fra i più importanti e diffusi. Un metodo di preparazione generale è l'interazione diretta "a secco" dell'elemento con l'opportuno alogeno. La reazione è di solito veloce (talvolta esplosiva) per i non metalli; richiede invece usualmente temperature elevate per i metalli di transizione, per i quali inoltre porta quasi invariabilmente ad alogenuri con alto stato di ossidazione del metallo. In questo secondo caso, la sintesi per precipitazione da soluzioni acquose di ioni alogenuro può essere più conveniente e rendere accessibili prodotti con stati di ossidazione inferiori del metallo, ma dà di solito alogenuri idrati. L'acqua di cristallizzazione può essere rimossa talvolta per semplice trattamento a caldo sotto vuoto (ma tale procedura porta spesso alla formazione di ossoalogenuri o comunque a prodotti non puri); in via alternativa, per reazione con un opportuno agente anidrificante, che nel caso di cloruri è in genere  $\text{SOCl}_2$  (cloruro di tionile).

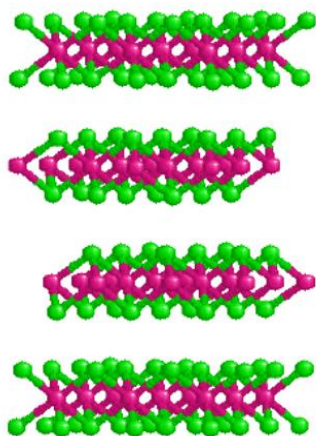


Figura 1

In questa esercitazione,  $\text{SOCl}_2$  viene utilizzato per anidrificare  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , un cloruro caratterizzato da una vistosa variazione cromatica (da verde a giallo-bruno) nel passaggio alla forma anidra  $\text{NiCl}_2$ . La procedura consente fra l'altro l'apprendimento pratico delle operazioni di trattamento a refluxo e di distillazione.

L'esercitazione si articola su due sessioni di laboratorio consecutive. Al termine il prodotto (fortemente igroscopico) sarà recuperato in atmosfera controllata dal docente; gli studenti interessati alla dimostrazione sono invitati a prenotarsi per appuntamento. Il profilo di diffrazione dei raggi X da polveri sarà reso disponibile a tutti gli studenti, che lo utilizzeranno per verificare la caratteristica struttura a strati di  $\text{NiCl}_2$  (Figura 1), e misurare le dimensioni medie dei cristalliti.

#### ATTENZIONE:

➤  $\text{SOCl}_2$  A CONTATTO CON L'ACQUA SI IDROLIZZA VIOLENTEMENTE AD  $\text{HCl}(\text{g})$  E  $\text{SO}_2(\text{g})$ , PRODOTTI TOSSICI ED IRRITANTI PER INALAZIONE E CONTATTO.

## Procedura sperimentale

### Nota

La procedura, tratta da *Inorganic Syntheses* (1957, 5, 153), è stata adattata in modo da evitare il ricorso al vuoto meccanico, che avrebbe richiesto, nel caso specifico, l'impiego (potenzialmente rischioso) di trappole fredde per l'abbattimento dei vapori di  $\text{SOCl}_2$ . L'uso di pompe a caduta d'acqua è sconsigliabile per l'elevata igroscopicità del prodotto finale di reazione.

### I sessione

Macinate finemente e con rapidità in un mortaio di porcellana 5.0 g di  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , e trasferiteli in un pallone a due colli da 250 mL, del quale avrete precedentemente tappato il collo laterale con un tappo smerigliato provvisto di guaina di tenuta in Teflon.<sup>®</sup>

Aggiungete anche alcune sferette di vetro, per agevolare l'ebollizione di  $\text{SOCl}_2$  nelle fasi successive.

Chiudete provvisoriamente il collo centrale con un tappo in gomma. Avvalendovi di una pinza, fissate il pallone al sostegno in dotazione stringendolo (fermamente ma senza forzare) sul collo centrale, orientandone il collo laterale verso l'interno della cappa, e regolandone l'altezza in modo che sotto di esso possa essere posizionata agevolmente una piastra agitante-riscaldante, a sua volta posta su una piastra elevatrice ("Lab-Jack<sup>®</sup>").

Collegate opportunamente alla presa d'acqua sotto cappa il refrigerante a bolle (l'ingresso dell'acqua è dal portagomma inferiore). Dopo aver calzato una guaina di Teflon<sup>®</sup> sul cono smerigliato, inserite il refrigerante sul collo centrale del pallone (rimuovendo il tappo in gomma), e assicurate la tenuta dello smerigliato ruotando leggermente il refrigerante nella sua sede. Aprite dolcemente il rubinetto dell'acqua, e regolatelo in modo da garantire un flusso continuo ma non violento; attendete un paio di minuti per verificare la tenuta del circuito di raffreddamento e la regolarità del flusso.

Introducete con cautela nel pallone, rimuovendo temporaneamente il tappo sul collo laterale, 50 mL di  $\text{SOCl}_2$ , e richiudete rapidamente, ruotando il tappo nella sua sede per assicurarne la tenuta. La reazione di anidificazione partirà pressochè istantaneamente, con sviluppo via via più vigoroso di  $\text{SO}_2(\text{g})$  e  $\text{HCl}(\text{g})$ . Potrete verificare l'acidità del gas in uscita dal refrigerante saggiandolo con una cartina indicatrice previamente bagnata con acqua distillata. Lasciate procedere la reazione a temperatura ambiente fino a che non ne osserverete il rallentamento; ciò richiederà almeno 15 min.

Frattanto, preparate un bagno ad olio, versando circa 300 mL di olio di vaselina in un cristallizzatore da 500 mL. Posizionate il bagno sulla piastra agitante-riscaldante, mettete l'olio in lenta agitazione magnetica, ed accendete il riscaldamento regolandolo in modo che l'olio raggiunga una temperatura di circa 90-100°C (di poco superiore a quella di ebollizione di  $\text{SOCl}_2$ , che è 76°C).

Per il completamento della reazione, è necessario operare con  $\text{SOCl}_2$  "a riflusso". Immergete con cautela il pallone nel bagno ad olio, alzando pian piano la piastra mediante il Lab-Jack<sup>®</sup> fino a che il livello dell'olio sia leggermente superiore a quello di  $\text{SOCl}_2$ . Ben presto i vapori di  $\text{SOCl}_2$  bollente cominceranno a condensare sulla superficie interna del refrigerante, e a "ricadere" goccia a goccia nel pallone. Questa condizione "di riflusso" va mantenuta per almeno 1 ora, fino a completa variazione di colore del cloruro (da verde a giallo-bruno), a testimonianza dell'avvenuto passaggio alla forma anidra.

Sospendete quindi il riscaldamento, estraete il pallone dal bagno ad olio (abbassando il Lab-Jack<sup>®</sup>) e lasciatelo raffreddare bene. Scollegate il refrigerante, tappate rapidamente il pallone con un tappo smerigliato provvisto di rubinetto e guaina di Teflon<sup>®</sup> sul cono, contrassegnatelo con il numero del vostro gruppo, e consegnatelo al responsabile tecnico di laboratorio.

Chiudete il rubinetto dell'acqua e rimuovete (senza forzare e cominciando dalla mandata) i collegamenti idrici del refrigerante. Lavate quest'ultimo (SOTTO CAPPAA!) prima con acqua distillata, poi con acetone (usando le spruzzette predisposte).

## Il sessione

Predisponete, come già nella I parte, un bagno ad olio ad una temperatura di circa 110°C.

Componete l'apparato per la distillazione (Figura 2), inserendo sul cono superiore della testa di distillazione il raccordo filettato SVL<sup>®</sup> di tenuta per il termometro, e collegando al cono laterale il refrigerante Liebig, completo - all'estremità opposta - del raccordo curvo di raccolta, al quale conetterete infine un pallone ad un collo da 250 mL, nonché un tubo a CaCl<sub>2</sub> mediante uno spezzone di tubo di gomma calzato sull'uscita a portagomma. Tutti i coni smerigliati maschi vanno preventivamente siliconati, con l'eccezione di quello inferiore della testa di distillazione, sul quale va calzata una guaina in Teflon.<sup>®</sup> Assicuratevi della tenuta di tutti i giunti, ruotandoli leggermente, e bloccateli con le apposite clip in plastica, in modo da scongiurare l'accidentale distacco dei componenti. Collegate infine il refrigerante alla presa d'acqua sotto cappa (l'ingresso dell'acqua è dal portagomma inferiore). Operando con dolcezza, connettete l'apparato così composto al collo centrale del pallone contenente NiCl<sub>2</sub> in SOCl<sub>2</sub> (rimuovendo il tappo con rubinetto), ed assicurate il tutto opportunamente con pinze ai sostegni in dotazione. Verificate che il bulbo del

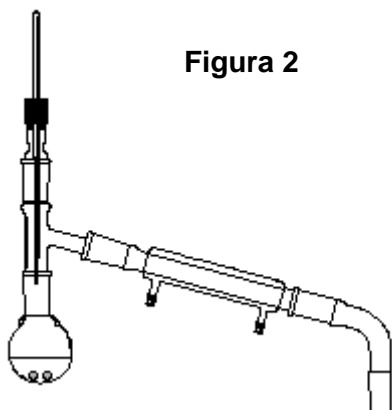


Figura 2

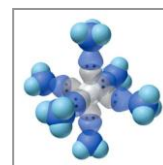
termometro sia posizionato correttamente (i.e., circa 2 cm al di sotto dell'uscita laterale della testa di distillazione), e serrate la ghiera in plastica in modo da assicurarne la tenuta. Infine, coibentate il collo centrale del pallone e la parte verticale della testa di distillazione con foglio di alluminio.

Immergete il pallone a due colli nel bagno ad olio. I vapori di SOCl<sub>2</sub> cominceranno presto a ricadere prima sulle parti fredde del pallone, poi sul bulbo del termometro smerigliato (che si porterà bruscamente a 76°C), infine raggiungeranno il refrigerante, dove condenseranno e saranno distillati goccia a goccia nel pallone di raccolta. Mantenete il riscaldamento fino al termine del processo di distillazione. Estraiete quindi il pallone dal bagno ad olio e lasciatelo raffreddare bene.

Per rimuovere le ultime tracce di SOCl<sub>2</sub> dal prodotto di reazione, operate come segue. Attraverso il collo laterale, introducete nel pallone a due colli 30 mL di esano, richiudete il pallone ed immergetelo nuovamente nel bagno ad olio, lasciandone inalterata la regolazione di temperatura. Esano e SOCl<sub>2</sub>, che bollono a temperature molto prossime, distilleranno insieme nel pallone di raccolta. Al termine della distillazione, sospendete il riscaldamento, estraete il pallone dal bagno ad olio e lasciatelo raffreddare bene. Scollegatelo quindi dall'apparato di distillazione, chiudendone rapidamente il collo centrale con un il tappo smerigliato provvisto di rubinetto. Disconnettete poi (CON CAUTELA!) il pallone di raccolta, tappandolo rapidamente con un tappo in gomma, e consegnatelo al responsabile tecnico di laboratorio. Infine, scollegate il refrigerante dalla rete idrica, scomponete l'apparato di distillazione e lavatene (SOTTO CAPPAA) i componenti con acqua distillata. Sgrassate quindi tutti i coni smerigliati con carta imbevuta di benzina tecnica, e lavate bene tutta la vetreria con acqua distillata e poi con acetone.

Contrassegnate con il numero del gruppo il pallone contenente NiCl<sub>2</sub> anidro e consegnatelo al docente, il quale curerà l'essiccamento finale del prodotto sotto vuoto meccanico, il suo recupero in atmosfera inerte, e la caratterizzazione mediante diffrazione dei raggi X (anch'essa in atmosfera controllata). Potrete seguire in parte queste ultime operazioni, non eseguibili nel laboratorio didattico, nel corso di una sessione facoltativa di dimostrazione (da prenotare con il docente).

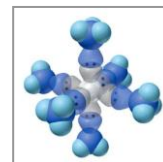
LABORATORIO DI CHIMICA GENERALE ED INORGANICA II  
(Laurea triennale in Chimica)



ESERCITAZIONE N. 3

Dotazione del posto di lavoro (I sessione)

Check	Descrizione	Quantità	Note
	Mortaiο in porcellana $\varnothing$ 60 mm	1	
	Cilindro graduato in vetro da 100 mL	1	
	Pallone a due colli (29/32 F) da 250 mL	1	
	Tappο in vetro smerigliato (29/32 M)	1	
	Tappο in vetro smerigliato (29/32 M) con rubinetto e portagomma	1	
	Tappο in gomma N. 7	1	
	Refrigerante a 5 bolle (smeriglio inferiore 29/32 M)	1	
	Termometro 0-200°C	1	
	Cristallizzatore in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 500 mL	1	
	Pinza di sostegno a chele tonde $\varnothing$ 30 mm	1	Extra-dotazione
	Tubo in gomma per ricircolo d'acqua	2 x 60 cm	Extra-dotazione
	Sferette in vetro $\varnothing$ 3-4 mm	5-10	Extra-dotazione
	Guaina di tenuta in Teflon <sup>®</sup> per cono smerigliato 29/32 M	3	Extra-dotazione
	Piastra elevatrice Lab-Jack <sup>®</sup>	1	Extra-dotazione



ESERCITAZIONE N. 3

Dotazione del posto di lavoro (II sessione)

Check	Descrizione	Quantità	Note
	Cilindro graduato in vetro da 100 mL	1	
	Pallone a due colli (29/32 F) da 250 mL	1	
	Pallone a un collo (29/32 F) da 250 mL	1	
	Tappo in vetro smerigliato (29/32 M)	1	
	Tappo in vetro smerigliato (29/32 M) con rubinetto e portagomma	1	
	Tappo in gomma N. 7	1	
	Refrigerante Liebig (lunghezza ca. 20 cm; smeriglio superiore 29/32 F, smeriglio inferiore 29/32 M)	1	
	Raccordo curvo di raccolta (smeriglio superiore 29/32 F, smeriglio inferiore 29/32 M) provvisto di uscita a portagomma	1	
	Testa di distillazione (smeriglio inferiore 29/32 M, smeriglio laterale 29/32, smeriglio superiore 14/23 F)	1	
	Raccordo filettato di tenuta SVL <sup>®</sup> con foro passante per termometro	1	Extra-dotazione
	Termometro da distillazione 0-100°C	1	Extra-dotazione
	Cristallizzatore in vetro Pyrex <sup>®</sup> da 500 mL	1	
	Termometro 0-200°C	1	
	Tubo a CaCl <sub>2</sub>	1	Controllare che non sia occluso
	Pinza di sostegno a chele tonde ø 30 mm	2 o 3	Extra-dotazione
	Tubo in gomma per ricircolo d'acqua	2 x 60 cm	Extra-dotazione
	Foglio di alluminio	q.b.	Extra-dotazione
	Clip di serraggio per giunti smerigliati	3 o 4	Extra-dotazione
	Guaina di tenuta in Teflon <sup>®</sup> per cono smerigliato 29/32 M	3	Extra-dotazione
	Piastra elevatrice Lab-Jack <sup>®</sup>	1	Extra-dotazione