



CONCORSO PUBBLICO, PER TITOLI ED ESAMI, A N. 1 POSTO DI CATEGORIA C - AREA TECNICA, TECNICO-SCIENTIFICA ED ELABORAZIONE DATI, CON RAPPORTO DI LAVORO SUBORDINATO A TEMPO INDETERMINATO PRESSO L'UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI MILANO - DIPARTIMENTO DI CHIMICA, DA RISERVARE, PRIORITARIAMENTE, ALLE CATEGORIE DI CUI AL DECRETO LEGISLATIVO N.66/2010 - BANDITO CON DETERMINA N. 5291 DELL'11/05/2020, IL CUI AVVISO E' STATO PUBBLICATO SULLA G.U. N. 40 DEL 22/03/2020 - CODICE 21049

La Commissione giudicatrice del concorso, nominata con determina n. 8255 del 16/07/2020 e così composta:

Prof.ssa Prati Laura - Presidente

Prof. Abbiati Giorgio - Componente

Dott.ssa Falletta Ermelinda - Componente

Dott.ssa Vitiello Emilia Tiziana - Segretario

comunica le tracce relative alla prova scritta:

TEMA n. 1

In base alla ricetta allegata, descrivere accuratamente l'allestimento del laboratorio per 50 studenti tenendo in considerazione:

- la dotazione di vetreria per ogni studente
- la strumentazione ed eventuale vetreria comune necessarie
- i reagenti e le relative quantità
- l'organizzazione generale secondo le norme di sicurezza e le buone pratiche di laboratorio.

Si consideri che il laboratorio è così strutturato:

- 50 cappe chimiche a posto singolo
- 2 cappe centrali ad uso comune
- 1 locale reagentario/solventario
- 2 locali accessori.

In un pallone a 3 colli del volume di 250 mL, sciogliere 2,5 g (13 mmoli) di cloruro di manganese(II) tetraidrato e 3,9 g di acetato di sodio in 40 mL di acqua. Aggiungere lentamente a questa soluzione, mantenuta in agitazione, 10 mL di acetilacetone ($d = 0,972 \text{ g/ml}$). Il pallone è poi dotato di imbuto gocciolatore in cui è posta una soluzione di permanganato di potassio (0,6 g, 3,8 mmoli, in 20 mL di acqua). Gocciolare lentamente la soluzione di permanganato di potassio nella prima soluzione mantenendo il sistema in agitazione. Dopo pochi minuti, aggiungere a piccole porzioni, sotto agitazione, una soluzione di acetato di sodio (3,9 g in 40 mL di acqua). Togliere l'imbuto

gocciolatore e scaldare su bagno ad acqua a ca. $60 \text{ }^\circ\text{C}$ per 10 minuti, filtrare a caldo su Buchner. Lavare il prodotto, marrone scuro, con acqua e asciugare alla pompa meccanica. Il prodotto è ricristallizzato sciogliendolo in 15 mL di toluene, scaldare a $70\text{-}80 \text{ }^\circ\text{C}$ per favorire la dissoluzione, filtrare l'eventuale residuo insolubile su imbuto Buchner, montato su provetta codata, e riprecipitare il composto aggiungendo etere di petrolio (ca. 50 mL) (eventualmente raffreddare con ghiaccio per favorire la precipitazione e aspettare almeno 15'). Filtrare su Buchner e asciugare il prodotto alla pompa meccanica. Calcolare la resa, determinare il punto di fusione ($161 \text{ }^\circ\text{C}$) e registrare lo spettro IR in KBr. Conservare il prodotto per la misura della suscettività magnetica.



TEMA n. 2

In base alla ricetta allegata, descrivere accuratamente l'allestimento del laboratorio per 50 studenti tenendo in considerazione:

- la dotazione di vetreria per ogni studente
- la strumentazione ed eventuale vetreria comune necessarie
- i reagenti e le relative quantità
- l'organizzazione generale secondo le norme di sicurezza e le buone pratiche di laboratorio.

Si consideri che il laboratorio è così strutturato:

- 50 cappe chimiche a posto singolo
- 2 cappe centrali ad uso comune
- 1 locale reagentario/solventario
- 2 locali accessori.

In un pallone a 1 collo da 100 mL dotato di ricadere sormontato da valvola a CaCl_2 e di ancoretta magnetica, preparare una sospensione di 300 mg di carbonato basico di Cu(II) (circa 1,4 mmoli), 260 mg di rame metallico (circa 4 mmoli) in 15 mL di acetonitrile. Con cautela aggiungere 2 mL di HPF_6 al 70% in peso in H_2O . Si riscalda quindi la miscela all'ebollizione, sotto agitazione, fino a completa scomparsa della colorazione azzurra. Si decanta la soluzione dal rame metallico in eccesso versandola in un piccolo becker. Si raffredda quindi la soluzione, si aggiungono 20 mL di etere diisopropilico e si raffredda in ghiaccio e sale per 1/2 ora circa, tappando il becker con un vetrino. Isolare il prodotto bianco, che potrebbe presentare una leggera tonalità azzurra, mediante una rapida filtrazione su imbuto di vetro con setto poroso ben asciutto (utilizzare la pompa a membrana e non la pompa ad acqua). Lavare il prodotto con etere diisopropilico (20 mL). Solo se il prodotto non fosse bianco, ricristallizzare il composto sciogliendolo rapidamente in 15 mL di acetonitrile (filtrare se necessario) e aggiungere alla soluzione 20 mL di etere diisopropilico. Raffreddare in ghiaccio e sale per mezz'ora circa, tappando il recipiente. Filtrare rapidamente il prodotto dalle acque madri. Lavare il prodotto con etere diisopropilico (massimo 10 mL). Non lasciare il composto all'aria per lungo tempo, bensì asciugarlo in vuoto alla pompa meccanica. Pesare e determinare la resa di reazione. Registrare lo spettro I.R. in nujol.

TEMA n. 3

In base alla ricetta allegata, descrivere accuratamente l'allestimento del laboratorio per 50 studenti tenendo in considerazione:

- la dotazione di vetreria per ogni studente
- la strumentazione ed eventuale vetreria comune necessarie
- i reagenti e le relative quantità
- l'organizzazione generale secondo le norme di sicurezza e le buone pratiche di laboratorio.

Si consideri che il laboratorio è così strutturato:

- 50 cappe chimiche a posto singolo
- 2 cappe centrali ad uso comune
- 1 locale reagentario/solventario
- 2 locali accessori.

In un pallone da 50 mL, munito di ancoretta magnetica, si pongono 400 mg di $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CN})_4]\text{PF}_6$ (1,08 mmoli) sciolti in 10 mL di acetonitrile. A questa soluzione si aggiunge una soluzione di orto-fenantrolina monoidrato in acetonitrile (480 mg, 2,4 mmoli, in 10 mL). La soluzione passa da incolore a marrone-arancio. Si lascia in agitazione per 30' circa, indi si aggiungono 30 mL di etere diisopropilico per precipitare il prodotto, che allo stato solido assume riflessi viola (*). Si filtra su imbuto Buchner, si lava il solido con 5 mL di etere di-isopropilico e si essicca il prodotto alla pompa meccanica. Si pesa e si calcola la resa di reazione. Registrare lo spettro elettronico del composto sciolto in alcol metilico, (2 mg in 10 mL; filtrare eventualmente se la soluzione fosse torbida), nella regione 300-600 nm ($\epsilon_{438} = 6.94 \cdot 10^3 \text{ L mol}^{-1}$



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI MILANO

cm⁻¹). (*) Se il precipitato fosse di colore marrone, ossia probabilmente contenesse ancora del solvente di reazione (acetonitrile), riprendere il solido in un bicchiere con acqua distillata (circa 20-30 mL), agitare e rifiltrare il solido viola ottenuto su imbuto Buchner. Indi proseguire con la metodica.

Milano, 23 luglio 2020

La Commissione

Prof.ssa Prati Laura - Presidente

Prof. Abbiati Giorgio - Componente

Dott.ssa Falletta Ermelinda - Componente

Dott.ssa Vitiello Emilia Tiziana - Segretario