

Leo C. Etude de la paramagnétisme du complexe  $Fe(acac)_3$   
par RMN

Biblio : Spinobolue, site Annabelle

Produits :  $FeCl_2 \cdot 6H_2O$  • acétylacétone • méthanol  
• acétate de sodium • tertbutanol 10%

Protocole : Préparation du complexe  $Fe(acac)_3$

- Dissoudre 3,3g de chlorure de fer (II) dans 25 mL d'eau distillée dans un ballon tri-cou de 100 mL
- Munir d'un réfrigérant à eau et d'une agouante de caoutchouc isochène
- Ajouter 4 mL d'acétylacétone dans 70 mL de méthanol dans l'agouante
- Agiter doucement sans agitation → rouge
- Dissoudre 5,1g d'acétate de sodium dans 75 mL d'eau et les ajouter par l'agouante → précipité rouge
- Chauffer à 80°C à 75 min
- Laver soigneusement à l'eau puis refroidir dans un bain de glace
- Filtrer sans Buchner et laver à l'eau
- Sécher à l'étuve

Caractérisation : Banc Köpfer :  $T_f = 180-182^\circ C$

Recristallisation dans le méthanol au besoin

Rq: d5 Fe(III) } ⇒ pas de transition permise de spin

↳ probabilité d'impair de charge

RMN: Demande une faible quantité de ce solide dans la solution de la

chlorure de fer

Rechercher le spectre RMN "mode paramagnétique"

→ Revoir les angles = paramagnétique

\* Faire un tube témoin contenant 0,5 ml de tétrahydrofur (THF).

dans  $CrCl_3$

\* Faire le même tube en remplaçant l'urée excédentaire

5 mg de urée

$$C = \frac{356,99 \times 0,5 \times 10^{-3}}{m}$$

\* Enregistrer les spectres RMN

q: fréquence de rotation

$\Delta q$ : fréquence de scans

des 2 pics

$$\rightarrow \chi_m = \frac{1}{6} \times \frac{1}{c} \times \frac{dq}{dq}$$

$$\rightarrow \mu_{eff} = \sqrt{4 \chi_m T} = \sqrt{4 n(n+2)}$$

→ hat spin probable

$\frac{1}{2} + \frac{1}{2}$   
 $\frac{1}{2} + \frac{1}{2}$   
 $\frac{1}{2} + \frac{1}{2}$

$\chi_{obs} = \chi_{spin} + \chi_{dia}$

$\chi_{spin} = \chi_{obs} - \chi_{dia}$

$$Rq: B \approx B_0 (1 + \chi_{dia} + \chi_{para})$$

$$D = \frac{B_0 (1 + \chi_{dia} + \chi_{para})}{2T} \approx B_0$$

$$\Delta D = \frac{B_0 \chi_{para}}{2T} = B_0 \chi_{para}$$

Rq: Fe(II)  $\xrightarrow{O_2, H_2O} Fe(III)$

Fonction de m. magnétique stable

$FeCl_2$  avec  $FeCl_3$  pure