

Manipulation 494 : Dédoublément d'un complexe de Nickel

Matériel et produits :

- $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Orthophénantroline
- tartrate stibié (+)
- NH_4PF_6
- NaOH à 0,1M
- Acide éthanoïque
- Acétone
- Fritté de porosité 4 (x5)

Protocole :

Préparation du mélange racémique :

Dans un bécher de 50mL, dissoudre 180mg de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 4mL d'eau.

Ajouter 450mg d'orthophénantroline

Dédoublément :

Dans un bécher de 25mL, dissoudre 0,690g de tartrate stibié (+) dans 14mL d'eau

Ajouter cette solution dans la solution de complexe de nickel

Refroidir dans un bain d'eau glacée

Filtrer sur fritté et rincer avec le filtrat

Le solide est noté (1)

Dissoudre 1g de NH_4PF_6 dans 5mL d'eau (solution S)

Ajouter goutte-à-goutte la solution S dans le filtrat jusqu'à décoloration de la solution

Filtrer le précipité sur fritté et laver à l'eau glacée

Sécher à l'étuve dans un récipient taré, noté (-)

Dissoudre le solide (1) dans 8mL de NaOH à 0,1M, chauffer doucement si nécessaire

Filtrer sur fritté

Acidifier le filtrat jusqu'à pH = 5 avec de l'acide éthanoïque puis filtrer sur fritté

Ajouter goutte-à-goutte la solution S dans le filtrat jusqu'à décoloration de la solution

Filtrer le précipité sur fritté et laver à l'eau glacée

Sécher à l'étuve dans un récipient taré, noté (+)

Caractérisation :

Dans une fiole jaugée de 20mL, ajouter :

- Environ exactement 50mg du produit (-) (m =)
- Compléter à l'acétone

Mesure du pouvoir rotatoire :

Effectuer un blanc avec l'acétone

Puis dans la même cuve (rincée avec la solution de produit (-)), mesurer le pouvoir rotatoire

Faire de même avec le produit (+)