

SPECTROSCOPIE INFRAROUGE ET POLARIMÉTRIE

1 POLARIMÉTRIE

Les molécules chirales interagissent avec la lumière polarisée. Lorsqu'un rayonnement monochromatique polarisé rectilignement traverse un échantillon chiral, le plan de polarisation est dévié d'un angle α_{exp} . Dans le cas d'un mélange de k constituants chiraux, on a la relation de BIOT :

$$\alpha_{exp} = l \sum_{i=1}^k [\alpha]_{\lambda}^{\theta,i} c_{m,i}$$

où $[\alpha]_{\lambda}^{\theta,i}$ est le pouvoir rotatoire spécifique du constituant i , $c_{m,i}$ (en $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) la concentration massique du constituant i en solution et l la longueur de la cuve (en dm).

Produits chimiques :

- R -(-)-Acide mandélique : $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$; $M = 152,15 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $T_{fus} = 132^\circ\text{C}$; solubilité $s = 15 \text{ g} / 100 \text{ mL}$.
- S -(+)-Acide mandélique : $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$; $M = 152,15 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $T_{fus} = 132^\circ\text{C}$; solubilité $s = 15 \text{ g} / 100 \text{ mL}$.
- (\pm) -Acide mandélique : $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$; $M = 152,15 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $T_{fus} = 132^\circ\text{C}$; solubilité $s = 15 \text{ g} / 100 \text{ mL}$.

Manipulation :

1. Préparer trois solutions de concentrations massiques $0,04$; $0,10$ et $0,20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ de R -(-)-Acide mandélique.
2. En déduire le pouvoir rotatoire spécifique du R -(-)-Acide mandélique dans les conditions opératoires. Évaluer l'incertitude.
3. Préparer une solution à $0,20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ de S -(+)-Acide mandélique et mesurer son pouvoir rotatoire. En déduire le pouvoir rotatoire spécifique du S -(+)-Acide mandélique. Est-il énantiomère du R -(-)-Acide mandélique ?
4. Préparer une solution à $0,20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ de (\pm) -Acide mandélique et mesurer son pouvoir rotatoire. Conclure.
5. Préparer une solution à $0,20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ du mélange M et mesurer son pouvoir rotatoire. Calculer l'excès énantiomérique.

2 MESURE DE POINT DE FUSION

Température initiale de la mesure : 115°C .

Rampe de température : $5^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

Manipulation :

- Mesurer les températures de fusion du R -(-)-Acide mandélique, du S -(+)-Acide mandélique et du (\pm) -Acide mandélique.

3 SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

Nous allons reprendre les réactifs et les produits des précédentes synthèses pour mesurer leur spectre infrarouge.

Produits chimiques :

- Stilbène et produit de la bromation.
- Cyclohexanol et produit de la déshydratation.

Manipulation :

1. Préparer les réactifs et les produits.
2. Acquérir les spectres infrarouge des différents composés.

3. Attribuer les bandes caractéristiques de vibration sur les différents spectres IR.
4. Conclure quant aux réactions réalisées.

PRÉPARATION D'ÉCHANTILLONS POUR L'IR

- **Composé solide :** Déposer une pointe de spatule du composé solide dans un mortier. Ajouter 8 spatules de KBr et mélanger à l'aide d'un pilon. Disposer 3 spatules du mélange dans le support de presse et comprimer la poudre sous une pression de 7 bar pendant 1 minute, afin d'obtenir une pastille. Enregistrer la référence en l'absence de pastille, puis enregistrer le spectre IR sur la pastille.
- **Composé liquide :** Disposer 3 spatules de KBr dans le support de presse et comprimer la poudre sous une pression de 7 bar pendant 1 minute, afin d'obtenir une pastille. Enregistrer la référence, sur la pastille de KBr, puis ajouter une goutte du composé liquide, et enregistrer le spectre IR du composé.