





LC12 : Caract risation par spectroscopie en synth se organique

Pr requis :

- Relation de Planck Einstein
- Spectroscopie UV-Visible
- Champ magn tique

Niveau : Lyc e

Bibliographie :

-  Cours de lyc e sur IR et RMN [1]
-  *Tout en un chimie PCSI* - Dunod, B. Fosset [2]
-  *Tout en un chimie PC-PC** - Hprepa, A. Durupthy, J. Estienne [3]
-  *Spectrom trie de masse*, Wikip dia [4]

Rapports de jury :

2017 : *Extrait rapports*

Table des mati res

1	Spectroscopie Infrarouge (IR)	2
1.1	Principe	2
1.2	Structure du spectre IR	2
1.3	Spectre infrarouge d'une esp�ce synth�tis�e	3
2	Spectroscopie RMN	3
2.1	Structure du spectre RMN	3
2.2	Spectre RMN d'une esp�ce synth�tis�e	4
3	Id�es de manipulations :	5
3.1	Synth�se de l'ester de poire	5
3.2	R�alisation de spectres IR	5
4	Remarques et questions	6

Introduction

On veut s'assurer que le produit que l'on a synthétisé est bien celui auquel on s'attendait, que la réaction s'est bien faite et si le produit est pur.

Problématique : Comment savoir si on a synthétisé ce qu'on voulait ?

Diapo : nom et réaction pour la synthèse de l'ester de poire

On va utiliser alors des techniques de spectroscopie.

On se propose ici d'étudier différentes techniques spectroscopiques à travers l'étude de la synthèse de l'ester de poire.

Vous connaissez déjà la spectroscopie UV-visible, mais on peut constater que le produit ne pourra pas être analysé avec un spectre UV-visible car il n'y a pas de conjugaison, donc il n'absorbera pas la lumière UV-visible (le produit est transparent).

Elles ont plusieurs avantages, notamment celles d'être rapide (quelques minutes suffisent ce qui n'est souvent pas le cas en chimie) et non destructrice (ce qui est bien parce qu'on ne peut prendre qu'un petit échantillon du produit et garder le reste pour ce qu'on comptait en faire)

On va donc étudier de nouveaux types de spectroscopie, au niveau de différentes longueurs d'onde et donc pour sonder de nouveaux niveaux d'énergies, telles que la spectroscopie IR et la spectroscopie RMN.

Proposition de plan :

1 Spectroscopie Infrarouge (IR)

1.1 Principe

Cette partie est à dire à l'oral sans écrire au tableau car hors programme.

On envoie un rayonnement EM dans le domaine de l'IR, la molécule vibre, absorbe le rayonnement.

Chaque liaison peut en effet se voir comme un ressort, et chaque groupement caractéristique de la molécule absorbe de façon différente le rayonnement. On va se servir de cela pour caractériser la molécule d'étude.

1.2 Structure du spectre IR

A quoi ressemble un spectre ?

Diapo : spectre IR de l'acétate d'isoamyle

— abscisse = nombre d'onde défini par

$$\sigma = \frac{1}{\lambda} \text{ , en } cm^{-1}$$

— ordonnée = transmittance définie par

$$T = \frac{I}{I_0} \text{ , en } \%$$

- Remarque : Utilisation de la relation de Planck-Einstein pour montrer que l'IR implique des énergies plus faibles qu'en UV-visible.
- Le principe de la spectroscopie IR est donc qu'une liaison (donc en général, cela caractérise un groupe caractéristique) se manifeste par une large **bande d'absorption**.
- On regarde des tables en fonction de σ

Diapo : Tables

Transition : Comment appliquer cela pour identifier des groupes caractéristiques et relier cela à la structure d'une molécule ?

1.3 Spectre infrarouge d'une espèce synthétisée

On va appliquer cela à l'acétate d'isoamyle qu'on a synthétisé. (Faire avant avec une autre espèce pour montrer sur un exemple simple ?)

- Explication de la manip [Diapo : explications manip](#)

Manip : Présentation du spectro IR

Manip : Spectre de l'ester de poire avant lavage

Identification des bandes, et on remarque qu'il reste donc des produits.
Pour remédier à cela on fait les lavages.

Manip : Lavages et séchage

Manip : Spectre de l'ester de poire après lavage

On observe la disparition de la bande caractérisant la présence du produit. Le lavage a fonctionné.

Transition : On peut différencier deux molécules avec un spectre IR si elles ont des groupes caractéristiques différents. Mais comment peut-on faire si deux molécules ont les mêmes groupes caractéristiques

2 Spectroscopie RMN

Le spectromètre envoie un rayonnement EM, on obtient un spectre. Il s'agit de la résonance des protons dans la molécule.

2.1 Structure du spectre RMN

Diapo : spectre RMN

☆ En abscisse il y a le déplacement chimique, en ppm, que l'on définit comme : p511 **[2]**

Le déplacement chimique est indépendant du spectro utilisé : ON va pouvoir comparer les résultats entre les laboratoires.

☆ Intégration : L'aire sous la courbe donne le nombre de protons

☆ Multiplicité : Nombre de voisin - 1 (il y a n-1 pics).

Il y a des pics sur le spectre et ils sont li  s aux protons dans la mol  cule.

Transition : Regardons un exemple avec ce spectre

2.2 Spectre RMN d'une esp  ce synth  tis  e

Diapo : spectre RMN de l'ester de poire

Point m  thode : On commence par   tudier la mol  cule :

☆ Deux **protons   quivalents** partagent le **m  me environnement chimique**. Exemple : deux atomes d'hydrog  nes li  s au m  me atome de carbone, deux groupes de protons dont les dispositions sont sym  triques.

☆ Deux **protons voisins** sont li  s    deux carbones partageant eux m  mes une liaison covalente.

Remarque : Quand il y a un

Diapo : Etude de l'ester de poire

D��placement	Nb de proton(int��gration)	Nb de voisins (multiplicit��)	Proton

Diapo : tableau compl  t   si manque de temps (   faire en pr  paration)

Conclusion :

Dans cette le  on, nous avons introduit deux nouvelles m  thodes de spectroscopie dans l'optique de pouvoir d  terminer la puret   du produit issu d'une synth  se, en l'occurrence ici une esp  ce utilis  e comme ar  me artificiel de poire. Nous avons vu dans un premier temps la spectroscopie infrarouge et ses avantages dans la d  terminations des liaisons composant une mol  cule. Nous avons directement appliqu   cette m  thode au contr  le des esp  ces pr  sentes dans un brut r  actionnel avant purification du produit obtenu. En revanche, nous avons   galement ses limites, et notamment son incapacit      nous renseigner sur la structure g  om  trique d'une mol  cule. Nous avons donc introduit la spectroscopie RMN, dont le principe est plus complexe, mais qui nous renseigne bien sur la mani  re dont sont agenc  s spatialement des groupes d'atomes d'hydrog  ne, abondants dans les mol  cules organiques. Nous avons analys   un tel spectre sur l'exemple de l'ester de poire, et nous avons montr   que la spectroscopie RMN permettait de discriminer avec succ  s l'ac  tate d'isoamyle d'un autre de ses isom  res. Il existe encore bien d'autres techniques de spectroscopie, et notamment la spectroscopie de masse. Cette m  thode, qui repose sur une ionisation totale du compos      analyser, permet de trier par leur masse et leur charge chacun des   l  ments qui la compose.

3 Id es de manipulations :

3.1 Synth se de l'ester de poire

Objectif : Faire une synth se que l'on va pouvoir  tudier dans cette le on

Produits	Mat�riel
3-m�thylbutan-1-ol	Micro-onde
acide �thano�ique glacial	Ampoule � d�canter
acide sulfurique concentr�	
Solution satur�e d'hydrog�nocarbonate de sodium	

En pr paration :

- ✓ Pr parer l'ester de poire 3 fois dans 3 erlen
- ✓ 2 erlen : 3mL d'alcool + 5mL + 3 gouttes d'acide
- ✓ 1 erlen : 3mL d'alcool + 1,5mL d'alcool + 3 gouttes d'acide
- ✓ Tester le lavage

En direct :

- ✓ Faire un lavage
- ✓ Peser l'erlen dans lequel on va mettre la phase orga
- ✓ On met dans l'erlen une vingtaine de mL de solution d'hydrog nocarbonate de sodium.
- ✓ On laisse d gazer tout en agitant (et dans un bain de glace car r action acidobasique?)
- ✓ On verse dans une ampoule   d canter (on rince?)
- ✓ On lave (une seule fois par manque de temps)
- ✓ On s pare les deux phases
- ✓ Phase aqueuse en dessus (car plus dense)
- ✓ Peser l'erlen dans lequel on a mis la phase orga pour faire un rendement.

3.2 R alisation de spectres IR

Objectif : Faire des spectres IR pour mettre dans le diapo et pour le direct

Produits	Mat�riel
	Spectro IR

En pr paration :

- ✓ Faire un spectre IR des r actifs, du brut r actionnel (avec exc s), apr s lavage

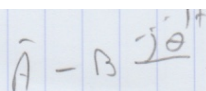
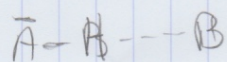
En direct :

✓

4 Remarques et questions

Remarques :

Questions :



Questions :

- UV-visible prérequis ? Temps. λ en nm. E en eV.
- 3 méthodes, 2 principe. Oui, si $\lambda \uparrow$, $E \downarrow$ \Rightarrow Planck-Einstein.

On parle # d'énergie
niveau d'

\Rightarrow Connaître les niveaux d'énergie en eV.

Spectro microonde par la transit^o rotationnelle.

\rightarrow à diviser \rightarrow Pourquoi ne pas mettre de doublets ? Il faut.

- Expliquer la spectro IR avec la loi de Hooke.

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad \leftarrow \text{N/m}$$

\uparrow cm^{-1} $\mu \leftarrow \text{kg}$

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad \leftarrow \text{kg/m}^2 \text{ N/m}$$

\downarrow $\text{Hz (s}^{-1})$ $\mu \leftarrow \text{kg}$

- Il ne faut pas parler de pic, mais de bande. Il y a un étalonnage (une distribut^o) du nombre d'onde car h n'est pas strictement la π . Exemple des liaisons d'H. Distribut^o Gaussienne.
- L'intensité de la bande est liée à la variation du moment dipolaire.
- Empreinte digitale \Rightarrow rotation \oplus riche que élargition mais on ne peut quand même pas s'y fier car les informations se superposent. Le signal est complexe.
- Les bandes sont aussi caractérisées par leur largeur.
- Deux types de C-H : aromatiques
aliphatiques ou aliphatiques

- Microonde, envato de l'en, se pm brûle le réactif.
Point éclair explosif.
- Dissout dans le spectro (pourquoi?)
Pourquoi on prene le solide? À chemis optique tout le temp, les poudres sont fines caract positif.
- Signaux supplémentaires: Ce sont des traces.
- Hydrogène-carbonate: Formule
- Catalyseur? H_2SO_4 acide sulfurique.
- Dictionnaire @ classe que l'a doc es p orga @ classe que l'en.
- RMN carbone 13 . Isotope de l'azote, F, Phosphore.
- ppm: utile pour mesurer la pollution de l'air CO_2 .
- Signaux RMN négatifs? Ou: si H @ blindé que celui de TMS
Tétraméthyl silane $H_3C-Si(CH_3)_3$
- Pourquoi cycle aromatique ultra déblindé? (7 ppm) Les e^- sont fortement délocalisés au sein du cycle. Boucle $\rightarrow I_{\text{courant}}$
 \rightarrow Drug $\text{C}^{\text{X}}\text{C}$ cause de déblindage.
- Déblindage: sur la ~~trou~~ grande.
- En CCL: pas destructif, rapide, pm bcp de produit consommé.
intrusif