

Intro : on fait des produits, on veut les caractériser, il existe d'autres méthodes (Tgs, CC) celles-ci sont destructives : on prélève une partie du produit et on lui fait subir des modifications. On se sert la spectroscopie quant à elle est non destructive et permet une très grande précision d'identification et informations concernant la pureté du composé synthétisé.

~~exp~~ : synthèse de l'aldolphte cinnaumique.

~~$C_6H_6O + C_6H_5O \rightarrow H_2O + C_{12}H_8O$~~   
 présente au jury : décanter ~~→ distiller dans ampoule à découper.~~  
 → lavage de la phase org. à l'HCl.  
 → goutte d'une solution de NaCl saturée pour augmenter la phase aqueuse de décanter (phase org. et phase aq. nées).

## I - Spectroscopie UV-visible

cas de physique on a vu : interaction entre lumière et matière quantifiée :  $E = h\nu$   
 cas de chimie on a vu : interaction entre lumière et matière quantifiée :  $\Delta E = \frac{hc}{\lambda}$   
 (avec  $\Delta E \sim 10\text{eV}$ ,  $h = 6,62 \cdot 10^{-34}$ ,  $c = 3 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$   $\Rightarrow \lambda = 100 \text{ nm}$  UV.)  
 on peut parfois avoir des transitions dans le visible.

exp : synthèse de l'indigo (coloré + pur)  
 présente au jury : spectre du prod de synthèse, comparaison au spectre du produit commercial.

Spéc : ppe de spectrophotométrie UV-vis, couleur de la solution = ce qui n'a pas été absorbé.  
 Ici : on a en général les systèmes de doubles liaisons conjuguées qui sont à l'origine des absorptions.  $\rightarrow$  tableau Wikipedia.

loi de Beer - Lambert :  $A = \epsilon \cdot c \cdot l$  (une seule molécule absorbante)  $\rightarrow$  on remonte à c.  
 accord des 2 spectres  $\Rightarrow$  on remonte à c.  $\rightarrow$  on identifie  $\lambda_{\text{max}}$  d'absorption, calcul  $\eta$  avec masse pesée on ne peut pas.  
 on a validé le système de liaisons conjuguées (on peut synthétiser et commercial)  $\rightarrow$  spectre cercle chromatique.  
 a priori on a la même molécule, comment en être sûr ? on identifie des espèces colorées.  
 Il nous manque le détail des molécules  $\rightarrow$  déterminer liaisons.

## II - Spectroscopie IR

### A) Présentation

exp : synthèse du paracétamol.  $C_8H_9NO_2$   
 Slide : paracétamol. Tgs, pur ?  
 Slide : spectre UV-vis (on ne peut pas le faire car  $\lambda_{\text{max}} \sim 250 \text{ nm}$ )  
 - spectre IR : vibration des molécules.  
 bandes d'absorption, caractérisées par position, largeur, intensité.  
 origine de l'absorption : vibration des liaisons  $\rightarrow$  un spectre IR renseigne sur la nature des liaisons présentes, donc groupes caractéristiques.  
 (si Tgs  $\rightarrow$  Tgs dire qu'il avait fallu faire une recrystallisation.)  
 Tout le monde voit -  $5 < 1500 \text{ cm}^{-1}$  (empreinte digitale  $\sim 10 \mu\text{m}$ ) -  $\rightarrow$  pas complexe mais permettrait une identification unique de la molécule :  $5 = \frac{1}{\lambda} \text{ (cm}^{-1}\text{)}$   
 elongation liaisons  $\rightarrow$  liaisons caractéristiques.

## 2) Bondes associées aux différents liaisons

- Spectre IR pentane, pentanal, pentanol, (pent-1-ène, pentan-1-amine).
- table de données IR (~~table~~)

→ appliquer à la molécule de paracétamol:

3700 → 3200-3400 : liaison O-H (+ liaison H). group COH (forte et fine)

3100 → 3100 - 3500 : ~~liaison~~ -N-C ~~liaison~~ amide (forte)

→ 1650 : C=O de C-N amide.

→ 3070 cm<sup>-1</sup> C-H cyc aromatique. (forte)

→ On pourrait vouloir la place (voir si il y a des bandes en 8, comparer empreintes digitale).  
Comment ~~faire~~ déterminer la position relative des différents bondes ?

## TH - Spectroscopie RMN.

~~RMN par déplacement chimique~~  
noyau de H qd placé dans un sp ~~de~~ magnétique, peut absorber un rayonnement EM à certaines fréquences dites de résonance : on parle de résonance magnétique nucléaire.

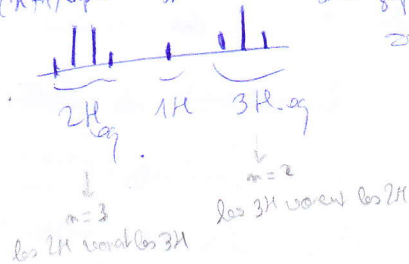
Ex: spectre RMN méthane C → 4H équivalents.  
→ δ identiques → les protons sont équivalents.  
→ m = 1 (multiplicité)  
→ intégration = 4.  
déplacement chimique:  $\delta = \frac{\nu - \nu_0}{\nu_0} \cdot 10^6$  (ppm).  $\nu_0$  : freq de réf (TMS).  
freq de référence de H.

→ table de déplacement chimiques  
\* RMN éthanol



plus l'environnement est riche en e<sup>-</sup>, plus ν est faible, donc δ petit

regle des (n+1) pics : grde de protons équivalents possédant n voisins non équivalents  
à ce groupe est caract par un multiplet: n+1 pics  
→ multiplicité (voir ex suite)



→ RMN propanol !?

→ spectre paracétamol

5 groupes → celui de 3H

+ autres ~~autres~~ ~~autres~~ ~~autres~~ ~~autres~~ ~~autres~~

plus valeurs liées à cause du cyc aromatique

CD, méthodes de spectroscopie complémentaires pour déterminer la molécule qu'il s'agit de.  
cette dernière : suite de synthèse.

(voir spectroscopie de masse → deshydratation).

→ même masse

→ séparation en 2 gaz en jet de  $\frac{m}{z}$

paracétamol = N-(4-hydroxyphényl)acétamido.