

LC12 : Caractérisation par spectroscopie en synthèse orga

Louis Heitz et Vincent Brémaud

Sommaire

Extrait du bulletin officiel	3
Bibliographie	3
Introduction	4
I Spectroscopie infrarouge	4
I.1 Principe et dispositif	4
I.2 Utilisation d'un spectre infrarouge	4
I.3 Application au contrôle de pureté	5
II Spectroscopie RMN	5
II.1 Principe	5
II.2 Interprétation d'un spectre	5
II.3 Application à la synthèse	6
Conclusion	6
A Commentaires et questions	6
B Liste matériel	6

Le code couleur utilisé dans ce document est le suivant :

- → Pour des éléments de correction / des questions posées par le correcteur
- Pour les renvois vers la bibliographie
- *Pour des remarques diverses des auteurs*
- ⚠ Pour des points particulièrement délicats, des erreurs à ne pas commettre
- Pour des liens cliquables
- ✂ Pour les manipulations

Extrait du bulletin officiel

Physique-chimie de première générale



Lien entre le nom et la formule semi-développée.	Justifier le nom associé à la formule semi-développée de molécules simples possédant un seul groupe caractéristique et inversement.
Identification des groupes caractéristiques par spectroscopie infrarouge.	Exploiter, à partir de valeurs de référence, un spectre d'absorption infrarouge. <i>Utiliser des modèles moléculaires ou des logiciels pour visualiser la géométrie de molécules organiques.</i>

Physique chimie première générale

Spectroscopies UV-visible, IR et RMN.	<ul style="list-style-type: none"> - Interpréter l'interaction entre lumière et matière en exploitant la relation entre l'énergie d'un photon et la longueur d'onde associée. - Attribuer les signaux d'un spectre RMN aux protons d'une molécule donnée. - Identifier ou confirmer des structures à partir de spectres UV-Visible, IR ou RMN en utilisant des banques de données. <p>Capacités expérimentales :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Concevoir et mettre en œuvre un protocole pour déterminer la concentration d'une espèce à l'aide d'une droite d'étalonnage établie par spectrophotométrie. <p>Capacités numériques :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tracer une droite d'étalonnage et déterminer la concentration d'une espèce à l'aide d'un tableur.
---------------------------------------	--

Physique chimie terminale STL

Bibliographie

Animation pour vibration ⚠ c'est en swf

Introduction

Niveau : Lycée

PR : Spectroscopie UV

A la fin d'une synthèse, on cherche à savoir ce qu'on a produit, ce qu'il reste. Comment faire si les produits n'ont pas de caractéristique macroscopique particulière (couleur par exemple ?). Il s'agirait de sonder la structure des molécules formées... Pour se faire on utilise l'interaction entre celles-ci et la lumière... Vous connaissez déjà UV-visible, mais il y a des cas où les espèces n'absorbent pas dans cette gamme de longueur d'onde, comment faire... Typiquement l'acétate d'isoamyle n'absorbe pas l'UV-visible, on va s'y intéresser.

I Spectroscopie infrarouge

I.1 Principe et dispositif

Pour déterminer la structure d'une molécule, on peut simplement déterminer quelles sont les liaisons covalentes présentes en son sein. Pour sonder la nature des liaisons, on utilise le fait qu'elles peuvent vibrer en s'allongeant ou en se déformant.

⚠ **Animation élongation CO_2 sur Specamp**

Il s'agit alors d'envoyer des photons dont l'énergie permet à la liaison de se déformer : le photon sera alors absorbé et la liaison peut alors vibrer. Chaque liaison a une vibration caractéristique, donc une énergie associée qui lui est propre. C'est ce qui va permettre de distinguer les différentes liaisons.

⚠ **Diapo rapport force / longueur d'onde**

En pratique, on utilise le dispositif suivant :

⚠ **Diapo dispositif**

Qu'obtient-on en pratique avec un tel dispositif ?

I.2 Utilisation d'un spectre infrarouge

Présentation d'un spectre IR. On définit deux choses :

- La transmittance $T = I/I_0$ en pourcentage, I ce qui sort, I_0 ce qui rentre
- Le nombre d'onde $\sigma = 1/\lambda$ en $1/\text{cm}$.

Un spectre IR représente T en fonction de $1/\sigma$.

⚠ **Spectre infrarouge**

Il y a deux zones : l'empreinte digitale de la molécule qui est difficile à exploiter sans ordinateur (400 à 1500 cm^{-1}) ; la zone d'analyse de liaison (de 1500 à 4000 cm^{-1}) où l'on peut distinguer plus nettement des pics et donc des liaisons caractéristiques.

Pour identifier une liaison / un groupe (C=O par exemple) on se réfère à des tables et on repère si au nombre tabulé on a un pic ou non.

⚠ Exemple de l'acide éthanoïque

Faire une méthode.

- Repérer les pics au delà de 1500 cm⁻¹
- Rechercher dans les tables les longueurs d'onde correspondantes
- Attribuer les pics à des vibrations d'élongation de liaison

Comment l'utilise-t-on en pratique ?

I.3 Application au contrôle de pureté

⚠ Diapo synthèse au micro-onde

En fin de synthèse, on peut réaliser un spectre IR pour identifier les produits effectivement présents dans le produit obtenu.

✂ lavage basique puis spectre IR : c'est gagné !

Transition : Bien, on a déjà une première technique, mais ce n'est pas parfait... En particulier on ne peut distinguer deux isomères de constitution. Exemple acétate isoamyle/acétate pentyle, il y a les mêmes liaisons en jeu dans les deux molécules ! On utilise alors une autre spectroscopie, qui regarde encore plus en détail dans la molécule...

II Spectroscopie RMN

II.1 Principe

Plutôt que de sonder les liaisons, essayons de sonder directement les hydrogènes... Comment fait-on ?
ici on ne fait que l'hydrogène, on pourrait faire avec le carbone aussi.

⚠ Diapo explication RMN

II.2 Interprétation d'un spectre

A quoi ressemble un spectre RMN ?

⚠ Diapo : spectre RMN

On définit le déplacement chimique : $\delta = \frac{\nu - \nu_{ref}}{\nu_0}$

Permet que ce soit indépendant du champ magnétique statique appliqué ! En ordonnée, proportionnel à l'intensité du signal reçu.

Pour un signal RMN on peut, pour chaque pic, relever les données suivantes :

- Déplacement chimique (abscisse)
- Intensité (ordonnée)

- Multiplicité (forme)

qui renseigneront sur différentes propriétés, comme on va le voir. On définit simplement la notion de proton équivalent : Définition : deux protons sont équivalents s'ils ont le même environnement chimique.

- Le déplacement chimique renseigne sur l'atome lié au proton : cet va jouer sur le champ magnétique ressenti, donc sur la valeur du déplacement chimique
- L'intensité renseigne sur le nombre de proton équivalents.
- Enfin la multiplicité renseigne sur le nombre de protons équivalents voisins. Si il y a n protons voisins, il y aura $n+1$ pics. "Voisins" = séparés par un atome de carbone.

On voit qu'il y a des "multiplets" : les pics semblent être dédoublés. Ça dépend du nombre de proton voisin : règle des $n+1$

On peut également utilisé l'intensité ici : intégration, on a le nombre de H (ce qu'on avait pas forcément en IR!)

II.3 Application à la synthèse

Grâce à ce qu'on vient de voir, en fin de synthèse on peut sonder plus précisément la structure de la molécule formée. Revenons à l'ester de poire. On regarde le spectre RMN, on reconstruit la molécule. AH ! on a bien travaillé.

Conclusion

La RMN c'est trop cool. C'est ce qui est utilisé pour IRM. Waouh !

A Commentaires et questions

B Liste matériel

✂ Manips :