

Niveau: Lycée

Prerequis: groupes caractéristiques, nomenclature, représentation des molécules, Loi de Beer-Lambert, électronegativité

introduction: On travaille dans un laboratoire de chimie où on fait diverses prestations. On commence dans l'équipe chargé d'identifier des espèces chimiques.

manip:

↳ On a fait en préparation la synthèse du paracétamol.

- on a étuvé le paracétamol qu'on a divisé en 2 lots. Un est gardé pour le leçon, l'autre on l'a mis à recristalliser.
- après introduction commencer le repaidissement pour recristalliser le paracétamol.

I Spectroscopie UV-visible

- On nous amène un échantillon liquide où le client pense avoir de l'indigo mais il n'est pas sûr et voudrait qu'on vérifie. L'indigo est couramment utilisé comme teinture pour colorer les vêtements et client veut travailler avec la couleur de l'indigo.
- Pour fabriquer l'indigo le client a suivi le protocole suivant et nous donne une fiole avec un précipité bleu.

Slide 2

- Pour caractériser ce produit nous allons faire la spectroscopie UV-visible, mais pour cela on veut d'abord séparer le précipité. que on capture sur Büchner et on laisse étuver.

manip - Lancer spectre UV-visible de l'indigo dans éthanol avec bleach

2) spectre d'absorption d'une addition.

- comme vu en classe de 1^{ère} certains molécules absorbent de la lumière à certaines longueurs d'onde. - transition électronique.

faire schéma transition électronique

- La couleur vient des λ non-absorbés. Et en chimie organique, il faut au moins 3 π conjugués pour absorber dans le visible.

slide 3 - prenons un exemple, chlorophylle absorbe rouge et bleu \rightarrow vert.

- expliquer pourquoi on a exercé et fait le blanc.
- montrer spectre slide

Dep Absorbance: A_λ est une grandeur positive sans unité liée à l'atténuation par la solution de l'intensité de radiation, elle dépend de la longueur d'onde, par une espèce donnée.

d'après la loi de Beer-Lambert

$$A_\lambda = \epsilon_{\lambda} \cdot l \cdot c$$

ϵ_{λ} : coefficient d'absorption molaire
 l : longueur en cm
 c : concentration en mol/L

- on caractérise les bandes d'absorption par leur maximum ϵ_{\max} et λ_{\max} (indigo tab: 610nm dansc).

- comparer et conclure.

Transition

- Un nouveau client d'une industrie pharmaceutique qui produit du paracétamol veut qu'on caractérise le produit et qu'on contrôle sa pureté.

Important car risques strictes sur médicaments.

- or paracétamol incolore \rightarrow on ne peut pas utiliser UV-visible.

2:11

II Spectre IR.

1) Présentation et origine du spectre.

- avant de caractériser par spectroscopie on vérifie la pureté, si trop impur on aura d'autres espèces qui rendent très dure l'analyse des résultats.
- Banc Köppler avec paracétamol étuvée
 $T_{\text{fus}}^{\text{réel}} = 171^{\circ}\text{C}$.
- pas pur \Rightarrow recristallisation
 - \hookrightarrow rappeler en 2 mots \rightarrow dissant dans min solvant ^{chaud.} ~~à chaud.~~
 - \rightarrow insoluble à froid.

Manip:

- \rightarrow monter cristaux récupérés du ballon.
- dire que si on étuve et on refait Köppler on devrait être pur. (vérification).
- on a la bonne T_{fus} mais ce n'est pas suffisant!

on veut connaître gres caractéristiques.

⇒ Spectroscopie IR.

↳ montrer spectre *slide*

Contrairement au spectre U-V, visible on travaille cette fois en Transmittance.

$$\begin{cases} \rightarrow A = -\log(T) & \Rightarrow T = 10^{-A} \\ \rightarrow \text{ce qui est transmis.} \end{cases}$$

- l'absorbe est le nombre d'onde σ en cm^{-1} sur $\sigma = 1/\lambda$
convention spectroscopiste.

On sépare le spectre en 2 parties *slide*
bandes caractéristiques $\sigma > 1500 \text{ cm}^{-1}$
empreinte digitale $\sigma \leq 1500 \text{ cm}^{-1}$

- on s'intéresse surtout aux bandes caractéristiques.

Ces bandes résultent de l'absorption de λ , mais contrairement à l'UV-visible ce sont des vibrations de déformation des liaisons entre atomes qui sont responsables de l'absorption. *slide*

concrètement, on envoie des λ IR sur un échantillon et on identifie les pics qui correspondent à des liaisons entre 2 atomes de certains types

2) bandes caractéristiques.

exemple: slides

- pentane

- pentan - 1-ol

- pentan - 2-ol

- ces données sont regroupées dans des tableaux et il ne reste plus qu'à identifier.

↳ slide

3) application au paracétamol

- montrer spectre et identifier groupes sur slide

Le spectre IR n'est pas suffisant pour conclure sur le paracétamol, on sait que on a les bons groupes caractéristiques, mais on ne sait pas si ils sont dans le bon ordre ~~arrangement~~ et la forme de la chaîne carbonée.

transition

- exemple éthanol et propanol slide

↳ montrer superposition → à pics sans empreinte digitale → on appose que on n'a pas celle du paracétamol.

III Spectroscopie RMN

0. vous présente alors un nouvel outil, la RMN.

- montrer que spectres RMN pour éthanol et propanol slide

1) présentation.

RMN^{proton} on excite les noyaux d'hydrogène (C.A.D.)
les protons qui sont dans un champ magnétique.

- pour illustrer, on peut imaginer que chaque proton possède une barrole qui s'aligne avec le champ magnétique imposé.
- Dans le RMN on place l'échantillon dans un champ magnétique extérieur constant fort $\sim 9.4 \text{ T}$.
- sous l'effet du champ magnétique, les protons peuvent absorber une λ du domaine des radiofréquences ($\lambda \sim 10 \text{ m}$), on peut donc détecter un signal de $\sim 100 \text{ MHz}$.

~~mesure de la fréquence~~

l'échantillon qui dépend de λ absorbée et donc de la présence associée, on parle de fréq. de résonance.

- La fréquence de résonance dépend de l'environnement du proton C.A.D.

La présence de résonance dépend des atomes "proches" du proton en question.

↳ nous donne des info sur l'agencement des dif. atomes dans la molécule

2) déplacement chimique

- La fréquence de résonance dépend de la force du champ magnétique. Pour que tous les résultats soient comparables on a introduit la grandeur δ qui utilise un standard et ne dépend pas de M

δ dépend toujours de l'environnement du proton.

cette dépendance est liée aux électrons autour du proton, ils créent un "blindage" qui diminue la valeur de δ .

- Si on a un atome très électro négatif proche d'un proton ou si on a une forte délocalisation des double liaisons alors $\delta \nearrow$

3) protons équivalents.

avec exemple méthane méthoxy méthane slide

- déplacement chimique

- protons équivalents.

↳ intégration.

~~q~~ Déf: Des protons ayant le \vec{n} environnement chimique sont dits équivalents, les pics associés ont le \vec{n} déplacement chimique.

4) rendre aux spectres de ~~méthoxy~~ éthanol et du propanol - multiplicité des pics.

slide

- montrer que il y a des multiplicités des pics.

↳ effet lié aux protons voisins non équivalents.

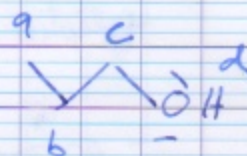
Def: Deux protons sont dit voisins si ils sont séparés par 3 liaisons simples ou multiples.

regle des $(n+1)$ -pics: Un proton ^{agent} ou un groupe de protons équivalents voisins donne par couplage avec ceux-ci un signal constitué de $n+1$ pics appelé multiplet.

discussion complète avec attribution des pics dans le slide.

Faire tableau

	H	δ	I	M
2	a	0,7	3	t
4	b	1,6	2	se
1	d	2,7	1	d
3	c	3,6	2	t



rg. O très électro-négative, mais le couplage!

- on peut aussi donner des tables aide
corriger brièvement.

dire qu'on peut associer de cette façon les protons du spectre RMN du propan-2-ol aide.

conclusion

slide recapitulative
+

insister sur complémentarité des méthodes.