

Exercise A

Cataldo non ha dimostrato

$$n_T = \frac{2n_C + 2 - n_M}{2}$$

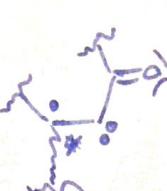
$$\frac{A \cdot N}{I} = 17 = 3$$

Identification Fragments

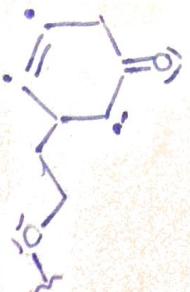
cela signifie qu'ils sont liés à un certain résultat un préalable qui soit asymétrique.

• Signal ferme saignée deux notes lors
d'un arrêt stéroïdien迷惑 un prob.
le déblimage indique le niveau d'un
grosseur electrostérile. (à priori C=0)

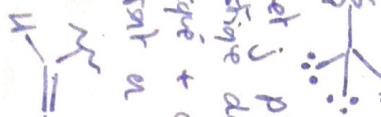
- Le mot permet de connecter les 2 fragments précédents ou va de l'expliquer.



Bilan: on a 4 stéréoisomère possible



- Signal et j' present un déplacement caractéristique des alvéoles avec effet d'air marqué + capteur 4.6 Hz moyen qu'ils sont en cis.



- Signal j et j' présent un déplacement caractéristique des alvéoles avec effet de tir marqué + capteur 4.6 kHz dépendant qu'ils sont en cis.
 - Signal h est déblindé et la fréquence qu'il est en α din 0. Copié à deux moteurs b être qui sont non équivalents.

Exercice 2A2

Principe d'une CCT: On cherche à séparer des composés en fonction de leur affinité:

- pour la phase stationnaire (silice ou alumine ou général)
- par la phase mobile ou éluent.

On fait migrer le composé sur la plaque dont la hauteur de migration dépendra:

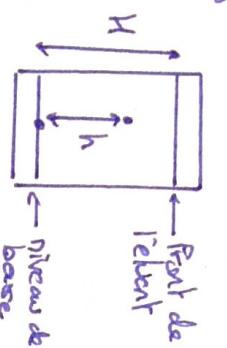
- de sa capacité à s'adsorber sur la surface.
- de sa solubilité vis à vis de l'éluant.

On peut jouer sur:

- le caractère acide ou basique de la plaque.
- principalement sur la polarité de l'éluant ou réaliser des mélanges de solvants de polarité différante.

Pour une condition opératoire donnée (T , éluent, ...), la reproductibilité des résultats est assurée par la mesure du rapport R_{fg}, noté R_{fg}

$$R_{fg,i} = \frac{h_i}{L}$$



Note CCT: Le but réactionnel ne possède qu'un composé de R_{fg} = 0.5 alors que le réactif a pour R_{fg} = 0.8
 \Rightarrow On obtient un mélange pur

Le produit formé est moins polaire que le réactif de départ ce qui explique qu'il migre moins.

I.P.

4-methoxy benzaldéhyde:

Complément

Affection

ν (cm⁻¹)
3032, 3001 cm⁻¹

2923 cm⁻¹

x

1678 cm⁻¹

x

1356 cm⁻¹, 1405

x

1265 cm⁻¹

x

1018 cm⁻¹

Fine, intense

δCH_3 , arom

γCH , alph

γC

$\gamma\text{C}=\text{C}$, arom

$\delta\text{C}-\text{H}$, aldehyde

γCOC , antisym

γCOC , sym

Produit formé

$\bar{\nu}$ (cm⁻¹)

3032

3032

x

2995, 2946, 1840

x

1713

x

1637

x

1601

x

1433

x

1286, 1254, 1165

x

1027

x

983

x

8

À savoir identifier

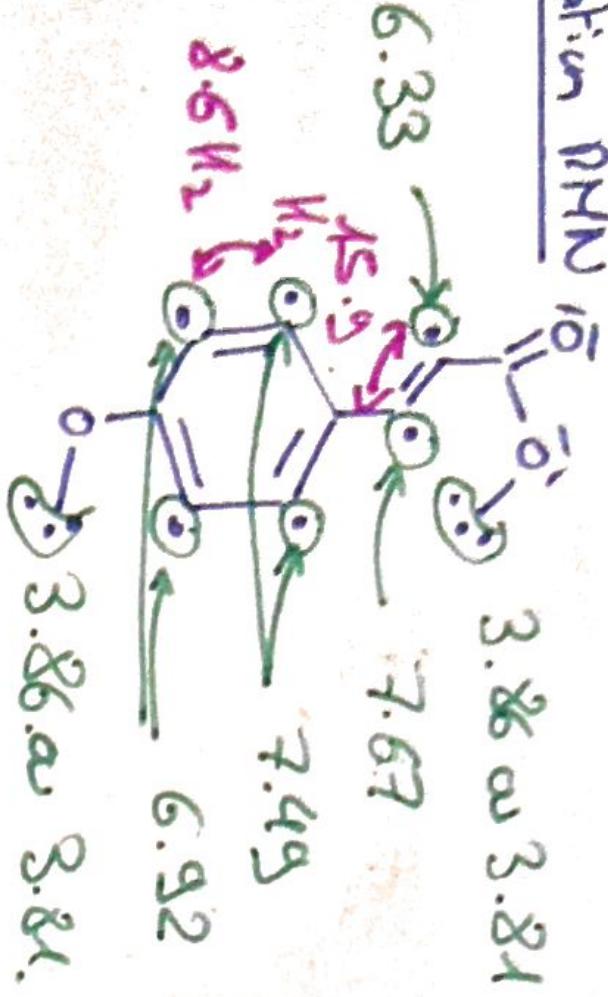
On reconnaît: la disposition des signaux aldehydes ($\gamma\text{C=O}$, $\delta\text{C-H}$) et l'apparition de signaux associés à l'iodide ($\gamma\text{CI=O}$, $\delta\text{CI=O}$)

autres, ...)

On a formé le bon composé

- Certains signaux tel que la bande C=O aromatique sont caractérisés par plusieurs signaux.

Affection PHN



On a bien identifié le produit attendu.

De plus, le couplage éther lénique $3J = 15.9 \text{ Hz}$, nous montre bien que la réaction est diasstéréosélective.
On ne forme que le composé E).

Exercice 1B:

<u>S (ppm)</u>	<u>Multiplicité</u>	<u>Nominal</u>
6.177	d	1
5.711	dd	1
2.468	1 et 1	1 et 1
2.088	Sept. d	6 et 1
1.275	s	0
1.279	d	1
	s	0

On peut identifier des fragments:

- Avec a', on a 2 protons singlets sur chaîne



- Avec b et d, on a 6 protons équivalents captés à un proton



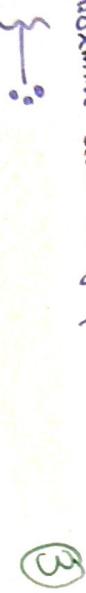
①

②

Ce groupement est voisin d'un autre proton avec un couplage 6.64 Hz. Le déblindage indique que ce proton doit être a ou d' un atome

- Avec c, on obtient 3 protons équivalents

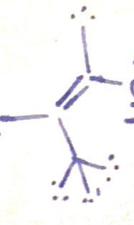
On a un déblindage par rapport à la valeur attendue (proximité avec un groupe attesteur)



6.69

6.69

Rq : le nombre d'intensités a été nécessairement corrigé. L'intégration est relative, on fixe le signal le plus faible à 1.



③

- On a avec e et f deux signaux très faibles déblindé avec un couplage très fort. Ce qui est caractéristique d'un atome avec un couplage très

trans

Exercice 2B

CCM: On observe bien l'absence d'anthrone ($\lambda_{\text{max}} = 0.69$) dans le brut réactionnel. Par comparaison avec le produit commercial, on peut dire que le produit synthétisé est l'anthracène.

On peut donc à priori dire que la synthèse a été totale.

On a ici employé un élément apolineaire qui justifie que l'anthrone a davantage d'affinité pour la phase stationnaire que pour la phase mobile. Il migre donc moins que l'anthrancène.

IR:

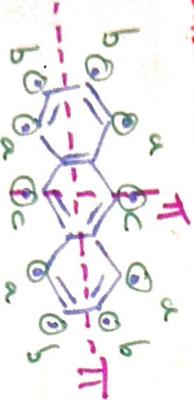
Anthrone

	$\bar{\nu}$ (cm^{-1})
x	3060, 3032
x	2871
x	1657
x	1558

Anthracène

	Allure	Attribution
x		$\gamma_{\text{C-H, arom.}}$
x		$\gamma_{\text{C-H, aliph.}}$
x		$\gamma_{\text{C=O}}$
x		$\gamma_{\text{C=C, arom}}$

RMN:

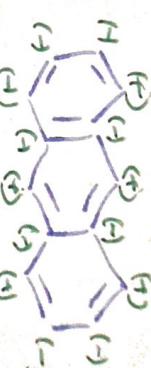


Π : plan symétrique

$$\begin{cases} \alpha: 2.02 \text{ ppm} \\ \beta: 7.49 \text{ ppm} \\ \gamma: 8.44 \text{ ppm.} \end{cases}$$

Pg : TI est difficile ici de distinguer d'abord. On doit s'aider du déblindage en remarquant que le cycle B a un léger effet d'attirer sur A ou C.

On peut donc écrire cette répartition des charges :



(+) \rightarrow déblindage plus fort
(-) \rightarrow déblindage plus faible.

Exercice 1C

Calcul du nombre d'isotopes:

$$n_T = \frac{2n_C + 2 - n_H + n_N}{2}$$

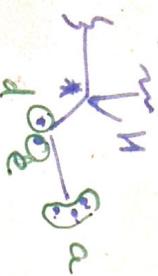
$$\Delta N: n_T = \frac{2n_C + 2 - 2n_O + 2}{2}$$

$$| n_T = 4$$

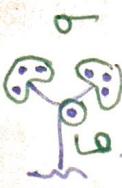
Identification des fragments:

S (en ppm)	Multiplicité	Nb voisins
a 0.892	3	2
b 1.228	6	4
c 1.240	3	2
d 1.523	1	1
e 1.527	1	1
f 2.983	d	9
g 3.122	d	9
h 6.534	1	2
i 7.109	d	1

Le signal a est caractéristique d'un groupe méthyl couple à deux protons diastéréotropiques d et e.
On a donc 2 flux à une chaîne éthyle en x d'un carbure asymétrique



Le signal b correspond à 6 protons équivalents liés à un carbone ne présentant qu'un proton g très délocalisé.



Le signal c est caractéristique d'un groupement méthyl légerement délocalisé et couplé à 4H, le signal g.
On peut donc le combiner au premier fragment:



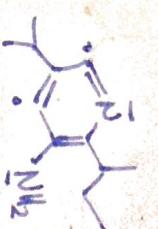
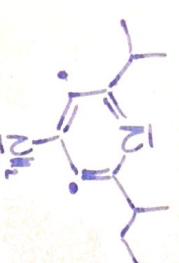
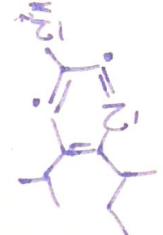
des signaux h, i sont très délocalisés et couplés + risques d'un effet "pénombre" (anomie). Ils ont un coupleur très faible caractéristique du signal 4J

Or il nous reste SC, 2N et 4H (h, i et 2 non daté).

On a donc un groupement méthane NH_2 et un cycle aromatique avec 2 protons h et i:

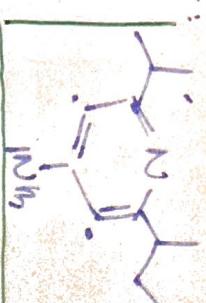


On peut présenter les isomères suivants



Or les signaux g et i sont proches en termes de déplacements. Il y a donc une certaine symétrie dans la molécule

Soir:



Q: En pratique, n'importe quelle des 3 schémas précédents seraient acceptés.

Exercice 2C

CCH:

- rosée du E-caprolactame ($\Omega_f = 0.4$)
- rosée toujours du réactif (oxyde de $\Omega_f = 0.65$)

Il va donc falloir réaliser une recristallisation

pour purifier notre brut réactionnel

On a ici un élément très polarisé, et protonique, l'oxyde de caprolactame. Il migre donc à plus d'affinité avec l'éluant. Il migre donc d'avantage.

IR:

Oxime:

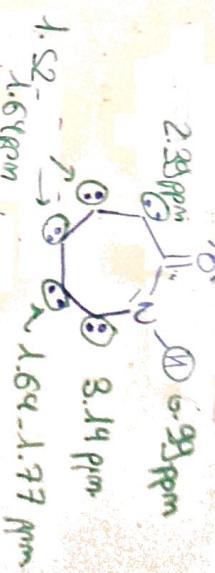
$\bar{\gamma}$ (cm ⁻¹)	Allure	Affection
3300 - 3050	large, moyenne	ν_{O-H}
2931, 2880, 2859	fine, moyenne	ν_{C-H} , aliph.
1664	fine, moyenne	$\nu_{C=O}$

E-caprolactame:

$\bar{\gamma}$ (cm ⁻¹)	Allure	Affection
3291, 3157		ν_{N-H}
2968, 2928, 2856		ν_{C-H}
1659		$\nu_{C=O}$
1332		ν_{C-N}
803		δ_{N-H}

Température de fusion:

Après recristallisation, on obtient la bonne homogénéité de fusion vis à vis de la couleur brûlée.
Le composé est donc pur.



RMN
On va identifier les différentes signes

On les place par rapport à leur distance à la fonction électrofondante.

⇒ On a disposition du signal C=N d'élongation en faveur d'une bande intense d'elongation C=O.

À savoir identifier