LC 08 Caractérisation par spectroscopie en synthèse organique

Présentée par : Xavier

Correcteur : Nathalie Dhayer Date : 16/01/20

Compte-rendu de leçon de chimie correcteur

Rappels de définitions, concepts à aborder lors de la leçon :

Vous êtes dans la peau d'un chimiste qui a fait une synthèse et qui veut caractériser! Cela doit être le fil directeur de la leçon.

La difficulté majeure de cette leçon est d'introduire trois techniques de spectroscopie en 40min, tout en faisant absolument le lien avec la synthèse organique.

Il s'agit alors de présenter différentes techniques le permettant, leurs limites et leur champ d'application. Les limites de ces techniques sont des transitions toutes trouvées pour introduire les autres techniques.

Ici, la loi de Beer-Lambert était placée en pré-requis, ce qui permet d'aller un peu plus vite sur la spectroscopie UV-Visible mais il peut paraître artificiel d'avoir vu la loi de Beer-Lambert et pas la spectroscopie UV-visible.

Avis sur le plan proposé, choix des exemples et des expériences :

Le plan proposé est le suivant :

- I) Spectroscopie UV-Visible
 - 1) Synthèse de l'indigo
 - 2) Spectre d'absorption
- II) Spectroscopie infrarouge
 - 1) Présentation et origine d'un spectre
 - 2) Bande d'absorption* caractéristique
 - 3) Application : cas du paracétamol

III)RMN

- 1) Présentation et déplacement chimique
- 2) Courbe d'intégration
- 3) Multiplicité des signaux

Le plan est cohérent, et les transitions sont toutes trouvées : quand les molécules ne sont pas colorées, on a besoin d'une autre technique \rightarrow Spectroscopie IR, mais parfois les spectres se superposent et ne permettent pas de différencier les molécules \rightarrow spectroscopie RMN.

Remarques sur des points spécifiques de la leçon :

D'une manière générale, pour les trois techniques, il faut partir de l'expérience, et retrouver la théorie. Donc on projette les spectres et les tables, et on caractérise les molécules.

^{*}Rigoureusement, il s'agit bien d'absorption d'une énergie, mais pour ne pas créer la confusion dans la tête des élèves potentiels, je pense qu'il vaut mieux parler de bande de vibration.

Il est indispensable de mettre l'électronégativité en pré-requis, sinon c'est impossible d'expliquer le déplacement chimique.

Il serait peut être judicieux de faire un tableau pour comparer les trois techniques :

Type de spectro	Transition en jeu	Informations	Limites
UV-Visible	électronique	Couleurs	Molécules colorées uniquement
IR	Vibrationnelle	Groupes fonctionnels	Pas d'info sur l'organisation spatiale des groupements
RMN	Transfert de protons d'un niveau d'énergie à un autre	Agencement spatial des protons	

Pour chaque technique, il faut expliquer brièvement la transition énergétique en jeu par exemple à l'aide d'un schéma. En revanche, il ne faut surtout pas se lancer dans des explications sur la technique de la RMN: c'est très compliqué, hors programme, et on dit très vite des bêtises. Il faut s'attendre éventuellement à une question sur la technique, et on peut simplement dire que sous l'effet d'un champ magnétique, le proton va être transféré d'un niveau énergétique à un autre, et que ceci nous donne des informations sur son environnement chimique.

Sinon, on reste très pragmatique, et on apprend juste à interpréter un spectre grâce d'abord à l'intégration, ensuite le nombre de voisins, et grâce aux tables.

Quand vous projetez des tables IR ou RMN, il faut les commenter succintement, au moins quelques valeurs.

Discussion sur les manipulations présentées au cours du montage (objectifs de l'expérience, phases de manipulations intéressantes, difficultés théoriques et techniques) :

Expérience 1 : Mesure du spectre UV-vis de l'indigo.

Ici, la synthèse était déjà menée et terminée, ce qui était dommage. La leçon étant « Caractérisation par spectroscopie *en synthèse organique* » il semble plus adapté de montrer une étape de synthèse, et de dire « bon on a formé notre produit, maintenant on voudrait le caractériser » et mesurer le spectre.

Il faut susciter des questions pour ensuite y répondre.

<u>Expérience 2 : recristallisation du paracétamol.</u>

Attention à utiliser de l'eau froide pour rincer le solide lors de l'essorage, pour éviter de perdre du produit dans le filtrat.

Cette expérience était justifiée dans cette leçon mais le lien avec le sujet n'a pas du tout été fait ce qui est dommage. On ne fait pas une recristallisation pour le plaisir, il faut prouver qu'on a besoin de le faire : on utilise la spectroscopie.

On fait une CCM et un spectre IR, ce qui montre que le produit n'est pas pur, donc on recristallise et on re-caractérise pour montrer que c'est mieux.

On peut aussi mesurer la température de fusion pour ajouter un geste expérimental et corroborer les caractérisations réalisées.

Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté : Comment les travaux en groupe permettent-ils d'initier les élèves à la valeur de fraternité ?

Propositions de manipulations – Bibliographie :

Livres de lycée.

LC 08 Titre: Caractérisations par spectroscopie en synthèse organique

Présentée par : Xavier Dumoulin

Correcteur: N Dhayer date: 16/01/2020

Compte rendu leçon élève

Bibliographie de la leçon :					
Titre	Auteurs	Editeur (année)	ISBN		
Physique Chimie Première S.	Nicolas COPPENS et Valéry PRÉVOST.	Nathan, 2015.			
Physique Chimie, Terminale S enseignement spécifique.	André Durupthy, Thierry Dulaurans et al.	Hachette Education, 2012			
Physique Chimie, Terminale S enseignement spécifique.	Valéry Prévost, Bernard RICHOUX et al.	Nathan, 2012.			
100 manipulations de chimie.	Jacques Mesplède et Christine Saluzzo.	Bréal, 2002.			
La chimie expérimentale. Chimie organique et minérale.	Jean-François Le MARÉCHAL et Romain BARBE	Dunod, 2007.			

Plan détaillé

Niveau choisi pour la leçon : Lycée

<u>Prérequis</u>: Groupes caractéristiques, Nomenclature, Représentation des molécules, Loi de Beer-Lambert

Intro: Différencier ivoire, os et corne \rightarrow indiscernables au toucher et à l'œil. Utilisation de spectroscopie. De plus, identificaton de groupes caractéristiques des molécules dans industrie pharma.

I/Spectroscopie UV-Visible

1) Synthèse de l'indigo

Diapo : réaction. On obtient un précipité bleu qu'on a essoré en préparation sur verre fritté et mis à l'étuve.

On dissout ensuite dans l'éthanol et on met l'échantillon dans un spectrophotomètre. On obtient info sur absorption de la molécule.

Expérience: Tracer spectre UV-Visible

TR: En théorie ça correspond à quoi un spectre UV-Visible?

2) Spectre d'absorption d'une solution

Solution traversée par la lumière, absorption de certaines radiations Couleur de la solution est complémentaire de la radiation absorbée. En chimie organique, la couleur vient des doubles liaisons conjuguées.

Ex : Chlorophylle absorbe rouge et bleu et apparaît verte.

On caractérise l'absorption par l'absorbance

Def°: L'absorbance A_{λ} est une grandeur positive sans unité liée à l'atténuation par la solution de l'intensité d'une radiation.

Absorbance reliée aux caractéristiques d'un produit par la loi de Beer-Lambert.

Spectre de l'indigo :
$$\lambda_{max}^{tab} = 610 \ nm$$
 $\lambda_{max}^{exp} = 605 \pm 5 \ nm$

TR: Spectre UV-Visible ok pour les solutions colorées. Pas toutes les molécules le sont. Par ailleurs on n'apprend rien sur la structure de la molécule et sur les groupes caractéristiques de la molécule organique.

II/ Spectre Infrarouge

1) Présentation et origine du spectre

On parlait de médicament en intro, on a ici synthétisé du paracétamol qui vient d'être recristallisé. On l'essore sur verre fritté. Contrôle de pureté : on mesure la température de fusion sur banc Kofler.

On mesure
$$T_{fus}^{tab} = 171^{\circ} C$$
 $T_{fus}^{exp} = 169 \pm 2 {\,}^{\circ} C$

Mais ce contrôle de pureté ne donne pas les infos sur les groupes caractéristiques. On a quoi dans du paracétamol ?

UV-visible? Pas possible...

On fait le spectre IR.

Transmittance $T=f(\sigma)$ avec $\sigma=\frac{1}{\lambda}$ le nombre d'onde en cm⁻¹.

Comment lire un spectre IR ? Il faut comprendre comment on l'obtient.

Les liaisons entre atomes d'une molécule vibrent. Déformations longitudinale et angulaire. Envoi d'une onde EM IR → favorisation de vibrations de certaines liaisons entre certains atomes. En fonction de la fréquence, le rayonnement est plus ou moins transmis comme en UV-visible. Toutes les liaisons ne vibrent pas aux mêmes fréquences. On peut ainsi déduire les groupes caractéristiques.

TR: Quelles sont les bandes associées à chaque type de liaison qu'on connaît?

2) Bandes de vibrations caractéristiques

1 spectre \rightarrow 2 zones :

 $\sigma < 1500~cm^{-1}$: empreinte digitale. Exploitée en comparaison avec un spectre de référence.

 $\sigma > 1500~cm^{-1}$: zone avec nombre limité de bandes correspondant à des liaisons particulières. 1 bande caractérisée par sa position, sa largeur et son intensité.

Tables des vibrations caractéristiques.

Exemple des spectres du pentane, du pentanol et du pentan-1-amine.

TR: Maintenant qu'on sait lire un spectre, regardons celui du paracétamol.

3) Application au cas du paracétamol

Spectre IR du paracétamol, identification des groupes caractéristiques.

TR: 2 molécules ayant les mêmes groupes caractéristiques ont des spectres IR presque identiques. Cas du propanol et de l'éthanol. Il faut des outils supplémentaires pour avoir des infos sur le squelette d'une molécule.

III/ Spectroscopie RMN

1) Présentation et déplacement chimique

Echantillon dans champ magnétique. Noyaux d'hydrogène absorbent un rayonnement à une fréquence précise dite fréquence de résonance. D'où le nom Résonance magnétique nucléaire.

On utilise la valeur du déplacement chimique. Les électrons proches des protons génèrent un champ magnétique faible qui modifie localement le champ magnétique ressenti par le proton. Champ mag ressenti par proton dépend donc de son environnement chimique. Déplacement chimique et fréquence de résonance dépendent des autres atomes de la molécule.

Plus un proton est proche d'un atome électronégatif, plus son déplacement chimique est grand. A l'inverse, plus un proton va avoir un environnement riche en électrons, plus son champ ressenti est faible et donc plus le déplacement chimique est faible.

Exemples : spectre du méthane et du méthoxyméthane.

Encore une fois on a des tables de déplacement chimique comme en IR. Comment interpréter le spectre du paracétamol ?

TR: Interprétation d'un spectre. On remarque deux choses: on n'a pas que des pics simples et on a 1 chiffre et une courbe d'intégration.

2) Courbe d'intégration

Si plusieurs protons ont le même environnement chimique, ils ont logiquement le même déplacement chimique. C'est le cas du méthane et methoxymethane.

Def°: Des protons ayant le même environnement chimique sont dits équivalents. Les pics associés ont le même déplacement chimique.

On connaît le nombre de protons équivalents avec aire sous la courbe : relation de proportionnalité. Courbe d'intégration est la courbe au-dessus des pics dont la hauteur est proportionnelle au nombre de protons équivalents.

TR : Reste à expliquer la multiplicité des signaux pour interpréter totalement un spectre.

3) Multiplicité des signaux

Démultiplication due aux interactions entre protons voisins. Non équivalents.

Def°: Deux protons sont dits voisins s'ils sont séparés par trois liaisons simples ou multiples.

Règle des (n+1)uplets : Un proton ou groupe de protons équivalents ayant n protons équivalents voisins donne par couplage avec ceux-ci un signal constitué de n+1 pics appelé multiplet.

Rq: Protons liés à 1 atome très électronégatif ne sont pas sensibles aux autres protons et ne montrent donc pas d'effet de couplage.

Attribution des pics du paracétamol.

Ccl : Récap + ouverture sur l'utilité de la spectroscopie en UV-visible pour des suivis cinétiques.

Questions posées

❖ Comment différencier concrètement l'os, la corne et l'ivoire en spectroscopie ? Spectro IR et on compare les empreintes digitales avec spectre de référence

Ouestions sur la partie I

- ❖ Est-ce que vous auriez procédez ainsi face à une classe ?
- ❖ Est-ce que les élèves ont déjà manipulé un spectroscope UV visible ? En première oui très probablement
- ❖ Ont-ils déjà vu l'absorbance ? En première oui très probablement
- * Commenter la valeur de l'absorbance A=0,12 pour λmax ?

Car il a utilisé un autre solvant que le dichlorométhane (interdit au lycée : cancérigène). Il a utilisé de l'éthanol.

- ❖ Pourquoi on se place au maximum d'absorption ? On pourrait avoir deux pics d'absorption. Si on émet dans le cyan on absorbe dans le vert et dans le bleu. Pour caractériser le spectre de manière unanime on se place au max.
- ❖ Comment expliquer concrètement ce qui se passe quand une molécule absorbe ? Quelles sont les transitions qui ont lieu ?

En spectro UV visible : transitions entre niveaux électroniques

En spectro IR: transitions entre niveaux vibrationnelles

Questions sur la partie II

* Commenter les valeurs de la température de fusion ?

Si la température de fusion mesurée est inférieure à la température de fusion tabulée, cela signifie qu'il reste des impuretés dans le produit. On parle d'effet cryoscopique.

Si la température de fusion est supérieure à la température de fusion tabulée, c'est qu'il reste du solvant dans le produit, il n'a pas été assez séché.

❖ Comment diminuer la solubilité du solide dans le solvant utilisé ?

On peut diminuer la solubilité en diminuant la température du solvant.

- Comment savoir si on a du paracétamol dans le filtrat? CCM ou caractérisation par spectroscopie
- * Est-ce que c'est la première fois que les élèves voient le nombre d'onde σ? Il y a des chances oui
- ❖ Comment modéliser une liaison et faire le lien avec le nombre d'onde ?

La liaison covalente entre deux atomes peut être assimilée à un ressort (longueur d et constante de raideur k). La liaison chimique peut vibrer, sa fréquence de résonance est donnée par la loi de Hooke :

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

En nombre d'onde la loi de Hooke devient :

$$\sigma = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

❖ Justifier le fait d'étudier la molécule à partir du spectre ?

Questions sur la partie III

- ❖ Est-ce que vous présenteriez de la même manière devant les élèves ?
- ❖ Est-ce que les élèves ont vu la notion « d'électroattracteur » ? Est-ce qu'on peut s'affranchir de cette notion ?

La notion « electroattracteur » n'est pas au programme au lycée.

Au lycée est abordées les notions de sites attracteurs et de sites donneurs.

❖ Est-ce qu'on peut avoir des protons voisins séparés de moins de 3 liaisons ?

À moins de 3 liaisons, les protons deviennent équivalents.

Quelle est la différence entre groupe fonctionnel et groupe caractéristique ? Quelles fonctions on peut associer au groupe carbonyle ?

Un groupe caractéristique est un groupe d'atome qui en fonction de sa localisation dans le squelette carboné de la molécule est associé à une famille chimique dont les membres ont des propriétés chimiques communes et participent aux même classe de transformations chimiques. Aldéhyde et cétone sont des composés organiques qui possèdent comme groupe caractéristique le groupe carbonyle.

❖ Quel type de solvant on utilise en RMN, et pourquoi ? Quel solvant pour les molécules organiques ?

On utilise un solvant deutéré : les atomes de deutérium remplacent les atomes d'hydrogène.

❖ Est-ce que la définition de proton voisin est toujours vraie ?

Les protons labiles portés par les hétéroatomes N, O, S ne couplent pas avec les protons voisins.

❖ Définition du déplacement chimique ?

$$\delta = \frac{v - vr ef}{v0}$$

Pourquoi on utilise δ et pas v?

On utilise le déplacement chimique car il est indépendant de l'appareil utilisé.

❖ Pourquoi on multiplie par 10^6?

Car la différence v-vrèf est très faible.

❖ Quel solvant utilise-t-on pour définir vrèf?

On choisit pour référence une molécule présentant un fort blindage, le plus souvent le TMS. On pose alors δ_{TMS} =0ppm

❖ Pour chaque spectro, l'échantillon est dans quel état ?

Spectro UV visible : échantillon liquide Spectro IR : échantillon solide ou liquide Spectro RMN : échantillon solide ou liquide

Est-ce dangereux la spectroscopie RMN ?

Non.

❖ Ordre de grandeur du champ B que l'on impose en RMN ?

De l'ordre de 10 Tesla.

❖ Pourquoi on utilise le nombre d'onde en spectroscopie IR ?

Il n'y a pas de raison.

❖ Comment faire en RMN si la molécule possède peu de H?

Il existe d'autres types de RMN : la RMN du carbone ¹³C ou du phosphore ³¹P.

Est-ce qu'on peut avoir un déplacement chimique négatif?

Le choix du TMS comme référence et la définition du déplacement chimique ont pour conséquence que, pour la plupart des composés organiques, la valeur du déplacement chimique est positive et comprise entre 0 et 11 ppm pour le proton ¹H.

❖ Mécanisme de formation de l'indigo ? https://en.wikipedia.org/wiki/Baeyer%E2%80%93Drewson_indigo_synthesis#Mechanism

❖ Pourquoi on ne voit pas le H de l'acide carboxylique en RMN ? Car c'est un proton labile.

QUESTION AGIR:

Comment les travaux en groupe permettent-ils d'initier les élèves à la valeur de fraternité ?

Commentaires

- Pour l'indigo il faut faire une étape de la synthèse. Sinon on ne comprend pas pourquoi on l'a synthétisé. Il faut aussi interpréter le spectre et vérifier que c'est la bonne couleur
- Pour la recri, préciser qu'on avait mesuré une température de fusion inférieure à la température tabulée.
- Faire davantage de commentaires sur la table IR et préciser plus une liaison est forte, plus le nombre d'onde augmente.
- Présenter la molécule de paracétamol plus tôt
- Inutile de présenter la technique de la RMN. On se contente de lire les spectres au lycée. Normalement, multiplicité et courbe d'intégration suffisent.
- Il faut plus écrire au tableau. Tout ce qui doit être retenu doit être écrit au tableau.

Expérience 1 - Titre : Synthèse de l'indigo

Référence complète : La chimie expérimentale 2 : chimie organique et minérale, R.Barbe, J.F. Le Maréchal, Dunod 2007 p.136-139

Équation chimique et but de la manip :

But: Tracer un spectre UV-Visible

Modification par rapport au mode opératoire décrit : Aucune

Commentaire éventuel : L'indigo n'est pas soluble dans l'eau et peu soluble dans l'éthanol. Le spectre dans l'éthanol est donc assez moche et il faut le faire pour une concentration en indigo faible.

Pour avoir un beau spectre, il faut le faire dans le dichlorométhane mais ce n'est pas un produit autorisé au lycée.

Phase présentée au jury : Obtention du spectre UV-Visible

Durée de la manip : 2 minutes pour faire le blanc et lancer l'acquisition. 2 minutes pour obtenir le spectre.

Expérience 2 - **Titre :** Synthèse d'un médicament : le paracétamol

Référence complète : 100 manipulations de chimie organique et inorganique, CAPES et agrégation de sciences physiques ; Mesplède, Saluzzo ; Bréal ; 2002

Équation chimique et but de la manip :

Passer de la fin d'une synthèse organique à la caractérisation du produit obtenu.

Modification par rapport au mode opératoire décrit : Aucune

Commentaire éventuel : Quand on refroidit le ballon de paracétamol, le précipité n'apparaît que si on agite la solution avec une baguette en verre

Phase présentée au jury : Recristallisation, essorage sur verre fritté et contrôle de pureté sur banc Kofler

Durée de la manip : 5 minutes au total

Compétence « Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté »

Question posée : Comment les travaux en groupe permettent-ils d'initier les élèves à la notion de fraternité ?

Réponse proposée: Le but même de travail de groupe est de se rassembler pour atteindre un objectif commun. Dans ces travaux, les élèves travaillent ensemble et peuvent se rendre compte que même si chaque individu a une façon de raisonner et plus globalement que tous sont différents, il est tout de même possible de travailler ensemble et que ces différences ne sont pas un obstacle. Ceci amène à la notion de fraternité dans le travail de groupe.

Commentaires du correcteur :

LC8 Titre : Caractérisation par spectroscopie en synthèse organique

Présentée par : Bernard Chelli

Correcteur : Nicolas Rabasso Date : 17 avril 2020

Compte-rendu de leçon de chimie correcteur

Rappels de définitions, concepts à aborder lors de la leçon :

Dans cette leçon vous devez définir les trois méthodes spectroscopiques que sont l'analyse UV-visible, l'infrarouge et la RMN. En ce qui concerne l'UV-visible vous devrez parler de la notion de chromophore et définir ce terme : un chromophore est un atome, ou un groupe d'atomes, responsable de la couleur d'un composé. Ce qui explique que vous pourrez faire un spectre UV-visible d'une molécule contenant par, exemple, une insaturation ce qui ne sera pas le cas d'un alcane. Vous devez aussi brièvement évoquer la notion de groupement fonctionnel puisque c'est les molécules avec des groupements fonctionnels que l'on verra par UV-visible. En ce qui concerne l'infrarouge vous devez parler des liaisons chimiques et revenir sur les fonctions que l'on peut observer en infrarouge. Enfin, en ce qui concerne la RMN vous devez évoquer la notion de noyau et les noyaux que l'on peut étudier par RMN on axera la leçon sur le proton mais il doit y avoir une ouverture sur le carbone, le phosphore et le fluor. Voir le plan proposé ci-après.

Avis sur le plan proposé, choix des exemples et des expériences :

Le plan proposé était :

Introduction : vous commencez à raconter l'histoire de l'analyse d'un produit chimique (il faut garder cette histoire du début jusqu'à la fin). Pour cela, vous pouvez vous aider d'un schéma (voir schéma plus loin).

1. Spectroscopie UV-Visible

Lorsque vous présentez la synthèse de l'indigo, il faut absolument mettre la structure de l'indigo. On doit voir les 7 doubles-liaisons conjuguées dont vous parlez pour observer un spectre dans le domaine de l'UV-visible (qu'il faut définir). Pour chaque méthode il faut définir le domaine spectral d'étude. Une fois la technique présentée et comprise grâce à la molécule d'intérêt (ici l'indigo) vous enregistrez le spectre de votre paracétamol pour montrer qu'il ne se passe rien et vous concluez que 1. Il faut alors allez voir dans le domaine de l'UV (200 à 400nm) ou 2. faire de l'infrarouge.

- 2. Spectre IR : bien mettre en avant que cela va nous permettre d'identifier les fonctions chimiques présentes (donc, dans le cas de notre paracétamol : un phénol, un noyau aromatique et un amide). N'oubliez pas de dire comment vous enregistrez ce spectre : le produit doit-il être solide, liquide ?
 - a. Présentation et analyse du spectre (je ne suis pas convaincu par l'intérêt de la prise du point de fusion, si vous comparez le spectre IR du paracétamol avant et après recristallisation il va y avoir peu de différences, à peine visible pour nous). Important : n'oubliez pas de dire qu'un spectre s'analyse en regardant, la taille et l'intensité de la bande (attention au vocabulaire, en infrarouge, la notion de pic n'existe pas), la valeur de déplacement de cette bande et l'hypothèse de la liaison qui, en vibrant, donne cette bande.

- b. Bandes caractéristiques : pour ne pas perdre de temps, il faut expliquer directement avec le paracétamol et ensuite vous faites un tableau des fonctions principales en chimie organique et vous expliquez ou on peut trouver ces bandes sur le spectre.
- c. Application au paracétamol

3. Spectre RMN

- a. Présentation : vous rentrez trop dans les détails avec trop d'exemples (sans rapport avec votre fil rouge) et donc vous perdez du temps.
- b. Déplacement chimique : est-ce que ce n'est pas plus simple de présenter une molécule telle que l'éthanol ou l'éther diéthylique (vous abordez alors la notion de triplet et quadruplet) ? Le problème dans vos exemples c'est que vos quadruplets et sextuplets n'en sont pas sur les spectres que vous montrez.
- c. Protons équivalents
- d. Retour aux spectres de l'éthanol et du propan-1-ol (retour à la toute fin sur le spectre du paracétamol).

Conclusion : transparent récapitulatif. Vous devez faire une ouverture sur les techniques complémentaires d'analyses.

Plan proposé:

Introduction: Qu'est-ce que la spectroscopie ? Pourquoi faire des identifications de composés organiques (retour sur les méthodes chimiques existantes précédemment par exemple l'apparition d'un miroir d'argent [cette vidéo, en anglais, sans le son permet de montrer cette expérience pendant que vous continuez à parler: https://youtu.be/ti_E2ZKZpC4?t=740 vous pouvez la faire démarrer plus tard (ici l'aldéhyde utilisé est le glucose)] ou le test de Brady [https://en.wikipedia.org/wiki/2,4-Dinitrophenylhydrazine]). Il faut aussi évoquer dans l'introduction que l'utilisation de méthodes spectroscopiques, par opposition aux méthodes chimiques, requiert un équipement lourd, coûteux, mais en revanche ce sont des analyses qui sont faciles à mettre en œuvre et qui sont non destructives pour l'échantillon.

Il faut caractériser pour vérifier la structure des composés issus de la synthèse organique et aussi pour caractériser les nouvelles molécules issues de nature.

I. Caractérisation :

Qu'est-ce que cela veut dire « Caractérisation » ? Et pourquoi c'est important ?

- Voir les fonctions présentes dans la molécule d'intérêt.
- L'enchaînement des atomes dans l'espace.

II. Méthodes disponibles :

Transition sur les apports de la spectroscopie (aspect historique)

- a. Ultraviolet : discuter de l'appareillage, de la préparation des échantillons, des avantages, des inconvénients de cette méthode d'analyse et de ce que l'on peut sortir comme informations de l'étude d'un spectre UV. Parler peut-être aussi des plaques CCM (car c'est de l'UV mais pas quantitatif). Evoquer la notion de « chromophore ».
- b. Infrarouge: appareillage, échantillons (liquide en film, solide en dispersion dans le nujol, ATR, formation d'une pastille avec KBr), avantages et inconvénients. Qu'est-ce que l'on va pouvoir sortir comme information de l'utilisation des spectres infrarouges. Identifier les fonctions présentes dans cette molécule organique. Analyse d'un spectre: longueur d'onde, intensité de la bande, zone de l'empreinte digitale et zone d'analyse.
- c. RMN: appareillage, échantillon (solubiliser l'échantillon dans un solvant deutéré), avantages, inconvénients. Qu'est-ce que l'on va pouvoir sortir comme informations d'une analyse RMN:

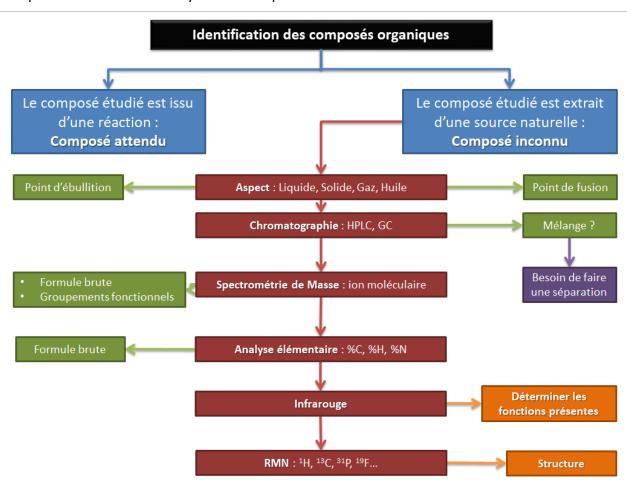
l'enchaînement des atomes dans l'espace. Analyse d'un spectre : déplacement chimique, intégration, multiplicité.

Conclusion: Ouverture vers d'autres méthodes spectroscopiques. Par exemple, la spectroscopie de masse. Dans ce cas-là, c'est une méthode invasive c'est-à-dire que l'on ne récupère pas l'échantillon intact en fin d'analyse. Parler de l'IRM, pour l'analyse dans le corps humain, avec l'analyse de tumeur par exemple par introduction d'une molécule organique qui va aller se fixer à la tumeur et que l'on va pouvoir voir par IRM. Evoquer aussi qu'en terme de caractérisation ce que l'on peut faire c'est utiliser la diffraction des rayons X pour les composés qui sont solides.

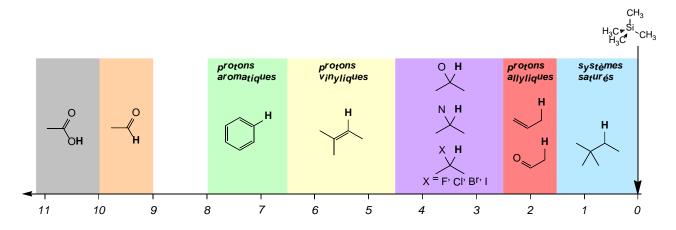
Manips possibles : On peut prendre une molécule (voir laquelle est le plus intéressante, par exemple le cinnamaldéhyde) et faire l'étude l'UV, IR et RMN de cette molécule à chaque fois on regarde ce que va apporter cette nouvelle analyse pour permettre la caractérisation de cette molécule.

Remarques sur des points spécifiques de la leçon :

Dans l'introduction, pour voir l'intérêt des analyses spectrales en synthèse organique vous pouvez vous servir d'un diagramme comme celui-ci, ce qui vous permet ensuite de vous focaliser sur l'UV-Visible, l'infrarouge et la RMN. En revenant sur ce schéma dans la conclusion, vous alors évoquer la diffraction des Rayons X et la spectrométrie de masse.



Comme évoqué lors de la correction, ci-joint le tableau des valeurs de déplacement chimiques en RMN ¹H.



Discussion sur les manipulations présentées au cours du montage (objectifs de l'expérience, phases de manipulations intéressantes, difficultés théoriques et techniques) :

Expérience 1:

Vous avez fait la recristallisation du paracétamol. Vous devez utiliser ce produit dans l'ensemble de vos expériences. C'est le fil rouge de votre leçon.

Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté :

La question était : Pensez-vous que créer un compte sur un réseau social, pour échanger avec les élèves, soit une bonne idée ?

Globalement, ce n'est pas une bonne idée. L'utilisation des réseaux sociaux ne se fait pas dans un cadre pédagogique spécifique. La communication en Lycée, par rapport aux réseaux sociaux, se fait dans un cadre précis (respect du corps enseignant et des règles de bonne conduite), ce qui n'est pas forcément le cas des réseaux sociaux. Les réseaux sociaux sont souvent un défouloir ce qui doit être évité lors du dialogue avec les élèves.

Propositions de manipulations - Bibliographie :

Ressources sur l'infrarouge. A défaut d'expériences, vous pouvez montrer l'appareillage : http://chimactiv.agroparistech.fr/fr/bases/ir-raman/intro

Ressources pour la RMN: http://chimactiv.agroparistech.fr/fr/bases/rmn