

NOTE SUR 20

N° d'anonymat

**LICENCE PROFESSIONNELLE INDUSTRIES
CHIMIQUES ET PHARMACEUTIQUES
Option DM**

Année universitaire 2013/2014

1^{ère} session

**Epreuve de Spectrophotométrie IR
UE 16**

Correcteur de l'épreuve : Lionel GODIN

Durée de l'épreuve : 1 h
Documents non autorisés, tablette comprise
Calculatrice autorisée

1 - Instructions générales

- Ne pas dégrafer le fascicule
- Ecrire lisiblement
- Ne rien inscrire dans les marges
- Respecter les modalités de réponses proposées
- Toute fraude ou tentative de fraude fera l'objet de poursuites disciplinaires (décret n° 92-657 du 13 juillet 1992)

2 - Instructions particulières à l'épreuve

- Vérifier que le cahier est complet : il comporte 9 feuilles numérotées de 1 à 9, celle-ci comprise.

1ère PARTIE : THÉORIE (6 points)

1^{ère} question

(2 points)

Indiquer les domaines spectraux du proche infrarouge (PIR), du moyen infrarouge (MIR) et du lointain infrarouge (LIR) en nombre d'onde $\bar{\nu}$ (exprimé en cm^{-1}), et en longueur d'onde λ (exprimée en μm).

Réponse du candidat :

2^{ème} question

(1,5 points)

Expliquer qualitativement en quoi consiste le modèle mécanique classique d'une vibration d'élongation dans une molécule diatomique.

Réponse du candidat :

3^{ème} question

(2,5 points)

Dans le modèle classique de la vibration d'élongation d'une molécule diatomique, on utilise la force de rappel dans la seconde loi de Newton pour déterminer l'équation différentielle du mouvement vibrationnel.

Si on choisit comme axe de vibration, un axe des y , la projection de la force de rappel selon cet axe est donnée par $F = -k.y$.

Rappeler le nom de la constante k ainsi que sa propriété principale par rapport à la liaison considérée.

En appliquant la seconde loi de Newton à une molécule diatomique AB (A étant supposé fixe), déterminer l'équation différentielle du mouvement, en donner une solution.

En déduire l'expression de la fréquence de vibration ν en fonction de k et de la masse m de l'atome B .

Réponse du candidat :

2ème PARTIE : INSTRUMENTATION (7 points)

4^{ème} question

(1 point)

Comment appelle-t-on les appareils IR permettant d'enregistrer un spectre en irradiant l'échantillon de manière séquentielle ?

Même question dans le cas où la méthode utilisée est multiplex.

Réponse du candidat :

5^{ème} question

(1,5 points)

Quel est l'intérêt de l'interféromètre de Michelson dans un spectrophotomètre IRTF ?

Réponse du candidat :

6^{ème} question

(1,5 points)

Les détecteurs MIR sont essentiellement caractérisés par leur **sensibilité**, leur **domaine spectral** et leur **efficacité quantique**.

Indiquer ce que représente chacune de ces caractéristiques.

Réponse du candidat :

7^{ème} question

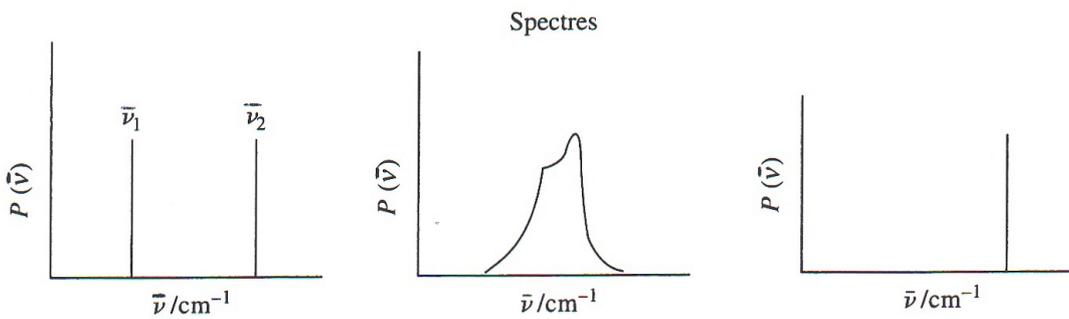
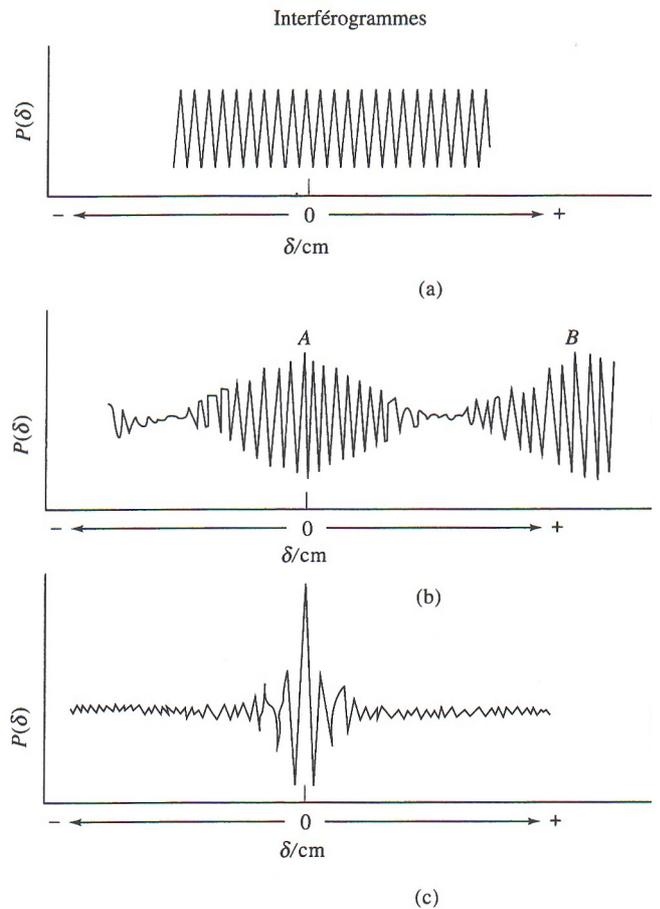
(3 points)

On propose ci-contre différents interférogrammes :

Indiquer à partir de quel type de source IR, ils peuvent être obtenus.

Faire correspondre à chaque interférogramme le spectre correspondant.

Indiquer par quelle opération mathématique, l'interférogramme est transformé en spectre



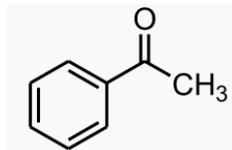
Réponse du candidat :

3ème PARTIE : ÉCHANTILLONNAGE ET ANALYSE SPECTRALE (7 points)

8ème question

(3 points)

On cherche ici à synthétiser l'acide benzoïque à partir d'acétophénone de formule chimique :



L'acétophénone étant un liquide transparent, indiquer en pratique comment vous feriez l'analyse infrarouge de l'acétophénone.

Réponse du candidat :

La synthèse s'effectue en plusieurs étapes :

1. *Oxydation de l'acétophénone par le dichlore en milieu basique.*
2. *Isolement du produit brut à l'aide d'une extraction liquide-liquide : la phase aqueuse est récupérée puis acidifiée, la filtration sur büchner permet d'obtenir un solide présentant des impuretés*
3. *Purification du solide par recristallisation et analyse infrarouge.*

9^{ème} question

(4 points)

Repérer sur les deux spectres IR fournis en page 8 sur 8, les bandes dont la disparition ou l'apparition permettent de montrer que la réaction a eu lieu.
Une table IR en page 9 sur 9 est à votre disposition.

Réponse du candidat :

SPECTRES IR

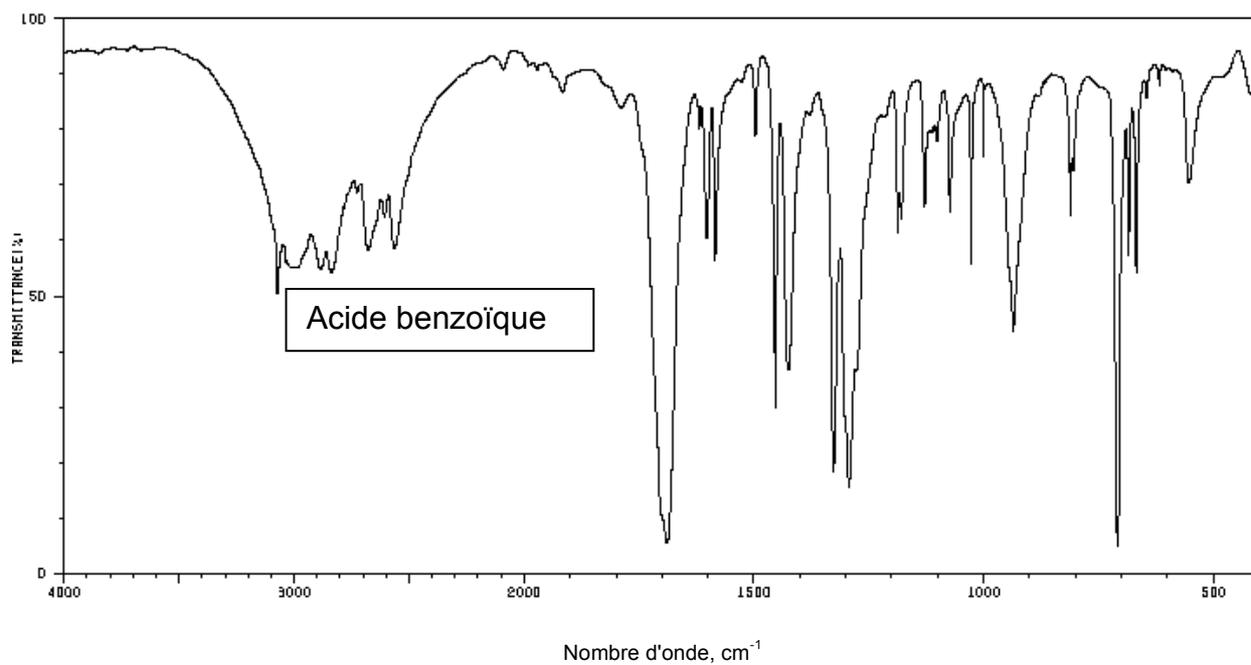
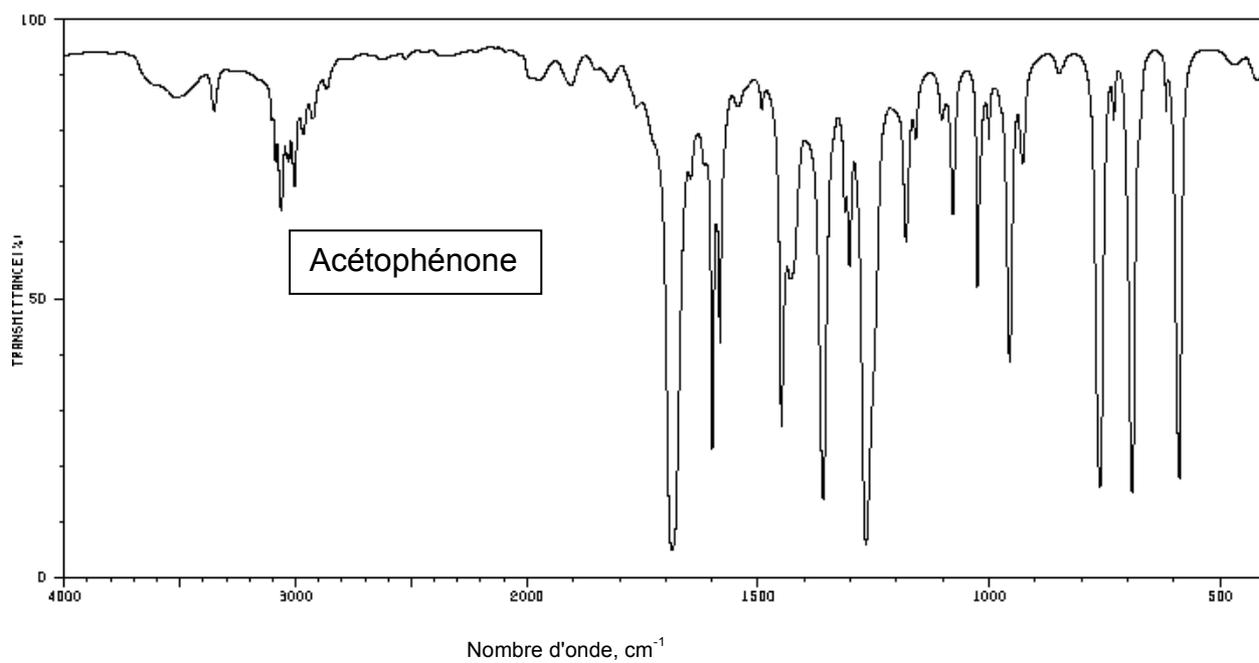


TABLE IR

liaison	nature	nombre d'onde (cm ⁻¹)	intensité
O-H alcool libre	valence	3 580 – 3 670	F ; fine
O-H alcool lié	valence	3 200 – 3 400	F ; large
N-H amine	valence	3 100 – 3 500	m
imine			
N-H amide	valence	3 100 – 3 500	F
C _{di} -H	valence	3 300 – 3 310	m ou f
C _{tri} -H	valence	3 000 – 3 100	m
C _{tri} -H aromatique	valence	3 030 – 3 080	m
C _{tét} -H	valence	2 800 – 3 000	F
C _{tri} -H aldéhyde	valence	2 750 – 2 900	m
O-H acide carboxylique	valence	2 500 – 3 200	F à m ; large
C≡C	valence	2 100 – 2 250	f
C≡N	valence	2 120 – 2 260	F ou m
C=O anhydride	valence	1 700 – 1 840	F ; 2 bandes
C=O chlorure d'acyle	valence	1 770 – 1 820	F
C=O ester	valence	1 700 – 1 740	F
C=O aldéhyde et cétone	valence	1 650 – 1 730	F
		abaissement de 20 à 30 cm ⁻¹ si conjugaison	
C=O acide	valence	1 680 – 1 710	F
C=C	valence	1 625 – 1 685	m
C=C aromatique	valence	1 450 – 1 600	variable ; 3 ou 4 bandes
N=O	valence	1 510 – 1 580	F ; 2 bandes
		1 325 – 1 365	
C=N	valence	1 600 – 1 680	F
N-H amine ou amide	déformation	1 560 – 1 640	F ou m
C _{tét} -H	déformation	1 415 – 1 470	F
C _{tét} -H (CH ₃)	déformation	1 365 – 1 385	F ; 2 bandes
C-O	valence	1 050 – 1 450	F
C-C	valence	1 000 – 1 250	F
C-F	valence	1 000 – 1 040	F
C _{tri} -H aromatique monosubstitué	déformation	730 – 770 690 – 770	F ; 2 bandes
C _{tri} -H aromatique <i>o</i> -disubstitué	déformation	735 – 770	F
<i>m</i> -disubstitué	déformation	750 – 810 680 – 725	F et m ; 2 bandes
<i>p</i> -disubstitué	déformation	800 – 860	F
C _{tri} -H aromatique trisubstitué	déformation	770 – 800	F et m ; 2 bandes
1,2,3		685 – 720	
1,2,4	déformation	860 – 900	F et m ; 2 bandes
		800 – 860	
1,3,5	déformation	810 – 865 675 – 730	F ; 2 bandes
C-Cl	valence	700 – 800	F
C-Br	valence	600 – 750	F
C-I	valence	500 – 600	F

F : fort ; m : moyen ; f : faible

Table des nombres d'onde des vibrations de valence et de déformation de quelques groupes fonctionnels.
Distinguez les atomes de carbone tétraédriques (notés C_{tét}), trigonaux (notés C_{tri}) et digonaux (notés C_{di}).