

NOTE SUR 20

N° d'anonymat

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

Année universitaire 2014/2015

1^{ère} session

Epreuve de Spectrophotométrie IR
UE 7

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

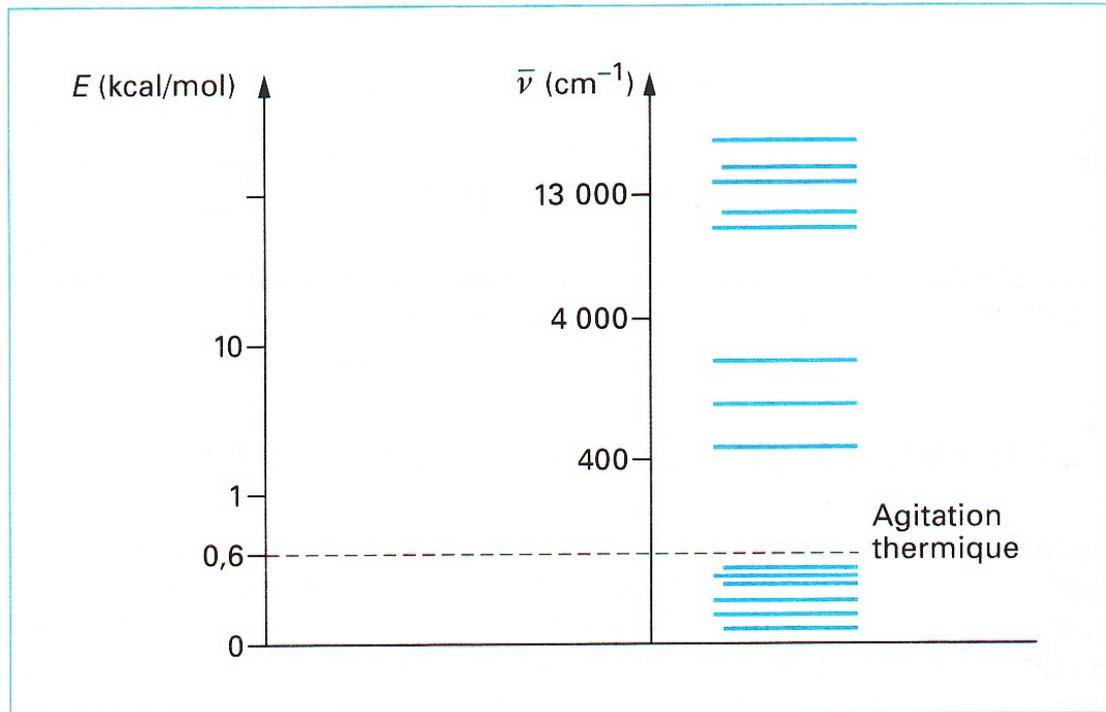
- Vérifier que le cahier est complet : il comporte 11 feuilles numérotées de 1 à 11, celle-ci comprise.

1ère PARTIE : THÉORIE (8 points)

1^{ère} question

(2 points)

Compléter le diagramme ci-dessous, en précisant, d'une part, les 3 domaines IR (PIR, MIR et LIR). Vous indiquerez ces 3 domaines entre les 2 axes des énergies et des nombres d'onde. Préciser, d'autre part, les niveaux d'énergie concernés en regard de la schématisation de ces niveaux d'énergie :



2^{ème} question

(1,5 points)

Calculer l'énergie E correspondant à la valeur limite de 13000 cm^{-1} . Vous donnerez cette valeur en Joule (J), puis en kcal/mol.

Données : $1 \text{ cal} = 4,18 \text{ J}$.

Célérité de l'onde IR dans le vide : $c = 3,00 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$;

Constante de Planck : $h = 6,63 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$;

et nombre d'Avogadro : $N_A = 6,02 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$.

Réponse du candidat :

3^{ème} question**(1,5 points)**

La spectroscopie IR est une spectroscopie vibrationnelle. Les vibrations moléculaires peuvent être classées en 2 catégories. Préciser ces 2 catégories.

Les vibrations de déformation angulaire sont caractérisées par une modification de l'angle entre deux liaisons, il en existe 4 types, indiquer leur nom.

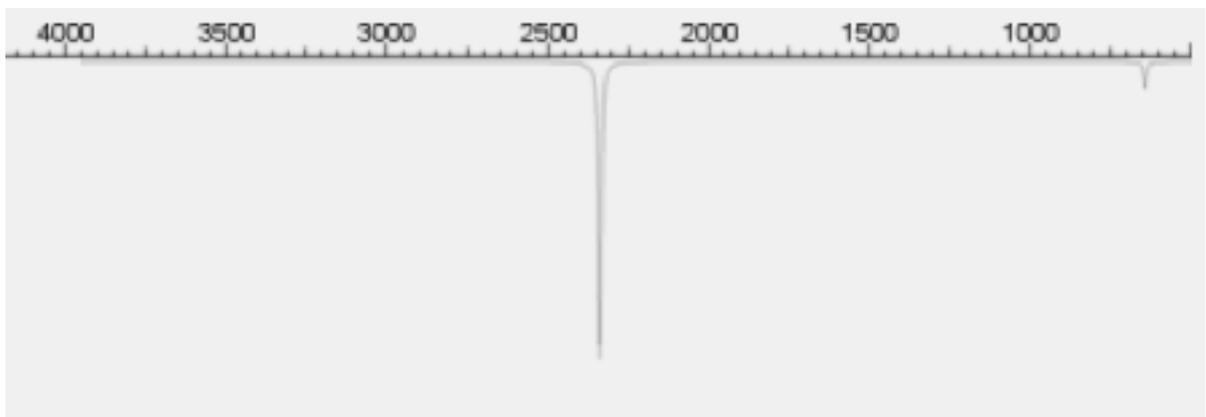
Réponse du candidat :

4^{ème} question**(3 points)**

Calculer le nombre de modes de vibrations normaux de la molécule de dioxyde de carbone CO_2 .

Réponse du candidat :

Le spectre de cette molécule est donné ci-dessous :



On observe que deux modes de vibrations, préciser lesquels et préciser pourquoi nous n'observons pas les autres modes ?

Réponse du candidat :

2ème PARTIE : INSTRUMENTATION DANS LE PIR (4 points)

5ème question

(1 point)

Les sources PIR utilisées sont souvent les mêmes que celles utilisées dans les appareils de spectrophotométrie UV/Visible. Préciser le type de source.

Les détecteurs sont souvent des photoconducteurs, préciser le type de détecteur.

Réponse du candidat :

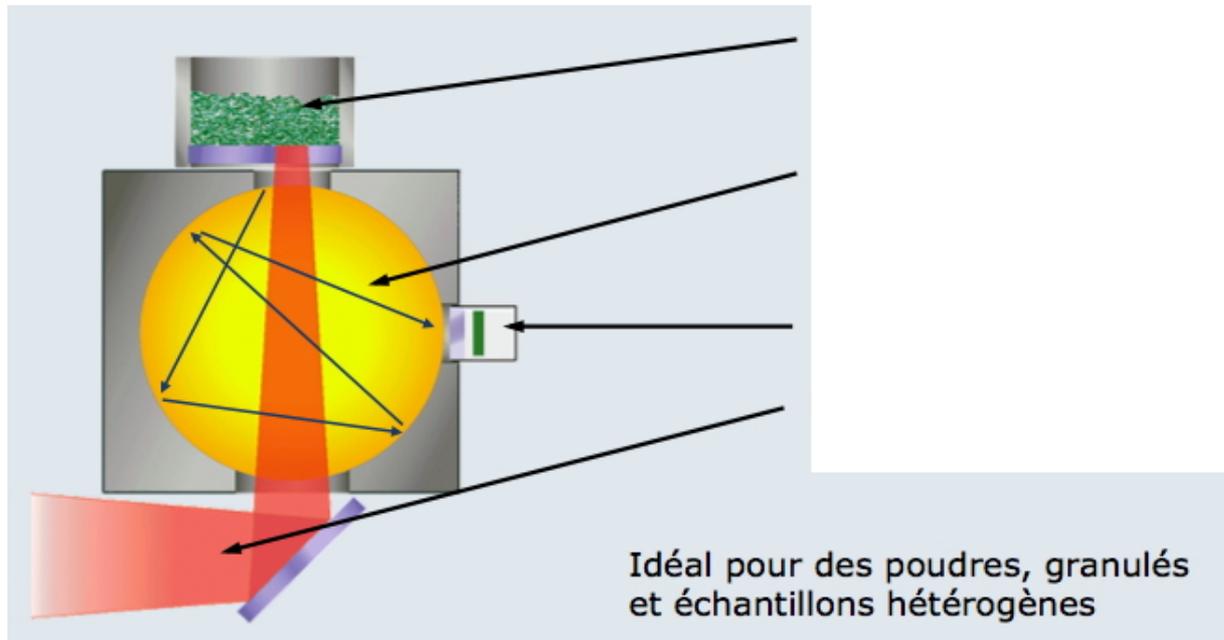
6ème question

(1 point)

La spectrométrie de réflexion dans le PIR est devenue un outil essentiel dans l'analyse quantitative de routine des constituants de solides finement divisés.

Cette technique est largement utilisée dans la détermination de l'humidité d'échantillons, dans l'analyse des protéines, de l'amidon, de l'huile, des lipides et de la cellulose dans les produits agricoles tels que le blé et les oléagineux.

Le compartiment échantillon des appareils PIR est donc souvent équipé d'une sphère d'intégration dont on présente un schéma ci-dessous :



Indiquer directement sur le schéma, en regard des flèches, le faisceau IR, le détecteur, l'échantillon et la sphère d'intégration.

7^{ème} question

(2 points)

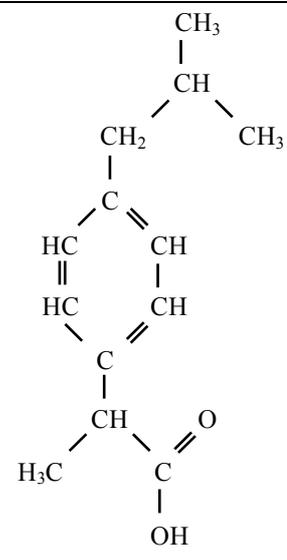
Indiquer le principe de fonctionnement du dispositif précédent, en précisant le phénomène mis en jeu, la particularité du matériau utilisé pour la fabrication de la sphère.

Réponse du candidat :

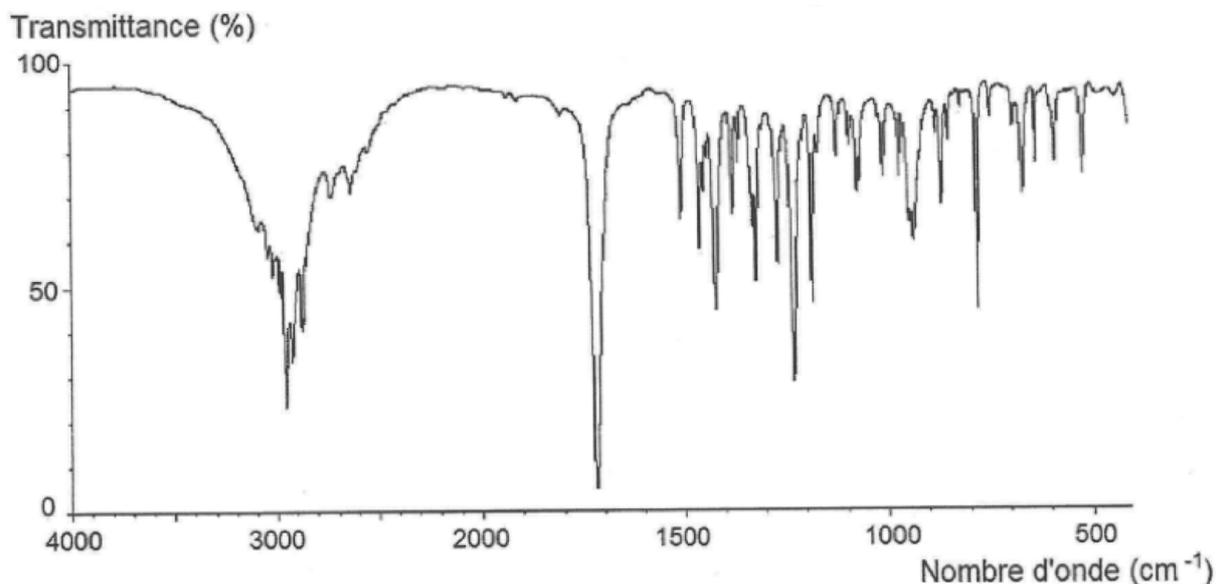
3ème PARTIE : ÉCHANTILLONNAGE ET ANALYSE SPECTRALE (8 points)

8^{ème} question

(3 points)

<p>L'ibuprofène est une molécule de formule brute $C_{13}H_{18}O_2$. Son nom en nomenclature officielle est acide 2-(4-isobutylphényl)propanoïque.</p> <p>De par ses propriétés anti-inflammatoire, antalgique antipyrétique, elle constitue le principe actif de divers médicaments.</p>	 <p>Formule semi-développée de l'ibuprofène</p>
--	---

SPECTRE IR de l'Ibuprofène



Analyser le spectre IR de l'ibuprofène en repérant les bandes caractéristiques des vibrations de valence des principaux groupements fonctionnels :

Réponse du candidat :

9^{ème} question

(2 points)

L'ibuprofène se présente sous forme de poudre blanche. Indiquer les techniques possibles (en précisant le mode opératoire pour chacune d'elles) permettant de réaliser le spectre de ce composé en spectrophotométrie infrarouge.

Réponse du candidat :

10^{ème} question**(2 points)**

L'étiquette d'un médicament classé dans la catégorie pharmaco-thérapeutique « anti-inflammatoire non stéroïdien » fournit les informations suivantes :

Composition

Ibuprofène.....400 mg

Excipients : amidon de maïs, silice colloïdale anhydre, amidon prégélatinisé, acide stéarique.

Forme pharmaceutique

Comprimé enrobé (boîte de 30)

Pour vérifier, la quantité d'ibuprofène contenu dans un comprimé, On effectue une gamme d'étalonnage en 5 points, pour cela on dispose d'ibuprofène en poudre et d'un mélange eau-éthanol pour dissoudre l'ibuprofène, ainsi que de 5 fioles de 20 mL.

Remplir le tableau ci-dessous :

C (mg.L ⁻¹)					
A	0,099	0,212	0,303	0,409	0,523

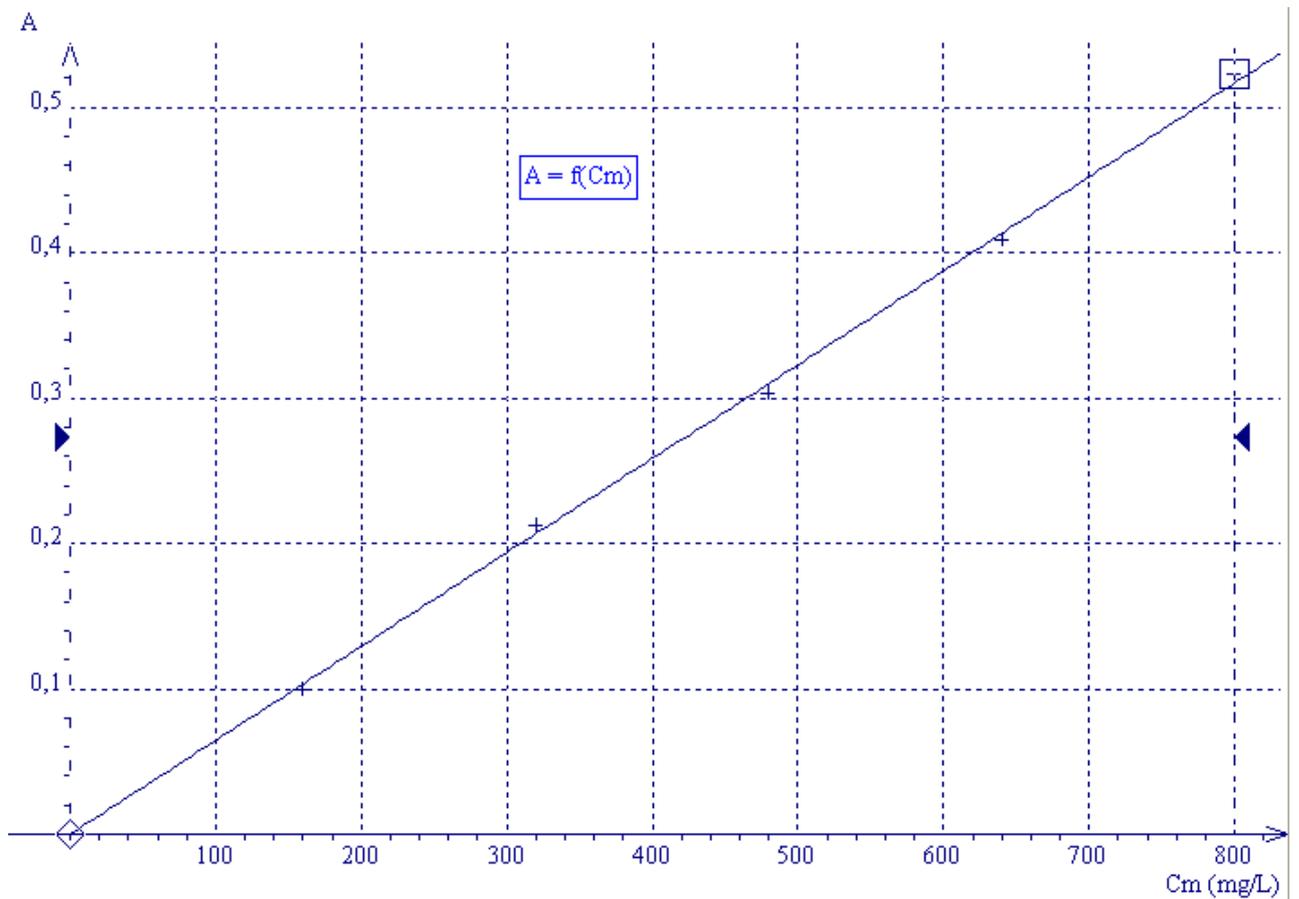
Indiquer la procédure pratique de réalisation de la gamme, puis préciser sur quelle bande de vibration vous devez faire les mesures d'absorbance, en expliquant pourquoi.

Réponse du candidat :

11^{ème} question

(1 point)

La courbe d'étalonnage est donnée ci-dessous :



Un comprimé broyé et solvaté dans les mêmes conditions que la réalisation de la gamme, donne au spectrophotomètre une absorbance de 0,272 ; en déduire la concentration, et donc la masse d'ibuprofène dans le comprimé.

Sachant que l'on ne tolère pas un écart supérieur à 1 % de la valeur donnée par le fabricant, indiquer si le résultat obtenu est conforme.

Réponse du candidat :

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	F ; 2 bandes
		690 – 770	
C _{tri} -H aromatique <i>o</i> -disubstitué	déformation	735 – 770	F
<i>m</i> -disubstitué	déformation	750 – 810	F et m ; 2 bandes
		680 – 725	
<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	F ; 2 bandes
		675 – 730	
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.
 • distingue les atomes de carbone tétraonaux (notés C_{tét}), trigonaux (notés C_{tri}) et digonaux (notés C_{di}).