16 décembre 2010

Examen Méthodes spectroscopiques 2

Durée 2 h

Calculatrice et tables spectroscopiques (fournies en début d'année) autorisées

---

Exercice 1 (3 pts – 10min)

Il est possible de doser simultanément par spectroscopie UV-Visible le cobalt et le nickel dans une solution aqueuse en se basant sur l'absorption des complexes de ces métaux avec le quinolinol-8. Les coefficients d'absorption molaire (en $L.cm^{-1}.mol^{-1}$) sont ε_{Co} = 3529 et ε_{Ni} = 3228 à 365 nm, et ε_{Co} = 428,9 et ε_{Ni} = 0 à 700 nm.

Calculer la concentration en nickel et en cobalt dans une solution indiquant une absorbance de 0,814 à 365 nm et 0,056 à 700 nm (cellules de 1 cm).

Exercice 2 (toutes les questions sont indépendantes) (5 pts – 30 min)

Pour chacune des questions suivantes sélectionner la (les) réponse(s) appropriée(s)

- En spectroscopie UV-visible pour mesurer l'absorbance à 500 nm d'un composé dissout dans l'acétone, vous pouvez utiliser une cuve
  - En verre
  - En plastique
  - En quartz

- Quelle transition électronique est dite interdite (impliquant un ε très faible)
  - $\sigma \rightarrow \sigma^*$
  - $n \rightarrow \sigma^*$
  - $\pi \rightarrow \pi^*$
  - $n \rightarrow \pi^*$

- Une augmentation de la conjugaison sur un chromophore va entraîner un effet
  - Hypsochrome
  - Bathochrome
  - Hyperchrome
  - Hypochrome

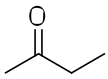
- En absorption atomique, quel(s) paramètre(s) va (vont) influencer la température de la flamme utilisée pour l'analyse
    - La longueur d'onde étudiée
    - La hauteur où est réalisée l'analyse dans la flamme
    - La composition de la flamme (type de combustible/comburant)
    - La proportion combustible/comburant
    - Le type d'élément dosé

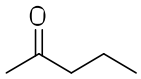
- En spectroscopie de masse (MS), quelle(s) technique(s) d'ionisation permet(tent) d'obtenir des informations structurales
    - L'impact électronique
    - L'ionisation chimique
    - Le MALDI
    - L'électrospray

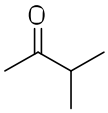
- En MS, quelle(s) technique(s) d'ionisation permet(tent) d'obtenir la masse de molécules de masse importante (>100 000 Da)
    - L'impact électronique
    - L'ionisation chimique
    - Le MALDI
    - L'électrospray

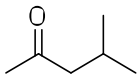
- En MS, quel (s) analyseur (s) allez-vous utiliser en routine couplé à une chromatographie en phase gazeuse
    - Trappe ionique
    - Électromagnétique
    - Quadripôle

- Quel(s) composé(s) peut (peuvent) présenter un spectre de masse comportant un pic à m/z = 58 (détailler le mécanisme mis en jeu)

A - 

B - 

C - 

D - 

    - A
    - B
    - C
    - D

Problème (les questions précédées du symbole * sont indépendantes) (12 pts – 1h20)

Nous voulons réaliser une étude sur le composé **I**. Avant tout, nous souhaitons déterminer sa structure. Pour simplifier le problème, commençons par l'étude de son précurseur **II** dont les spectres de différentes analyses sont reproduits ci-dessous. (Figure 1, Figure 2, Figure 3, Figure 4)

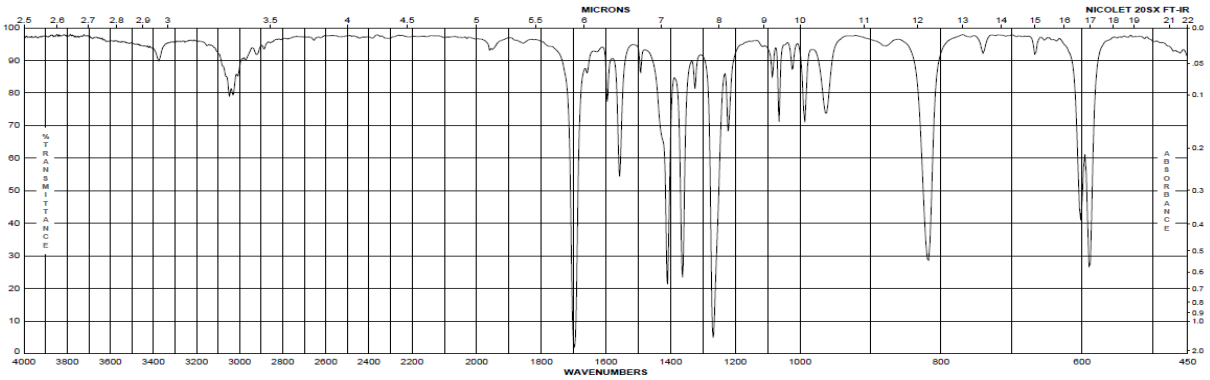


Figure 1 : *spectre infrarouge du composé II*

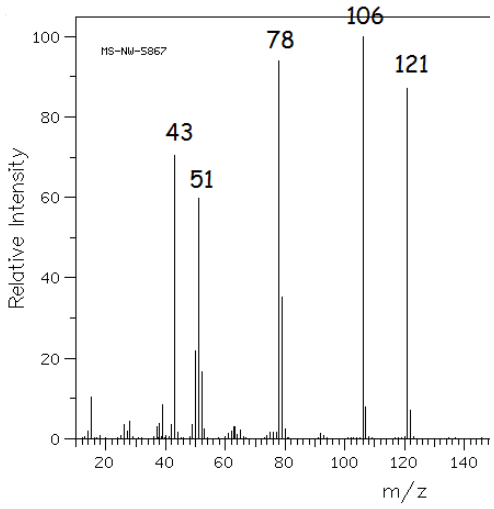


Figure 2 : *spectre de masse du composé II*

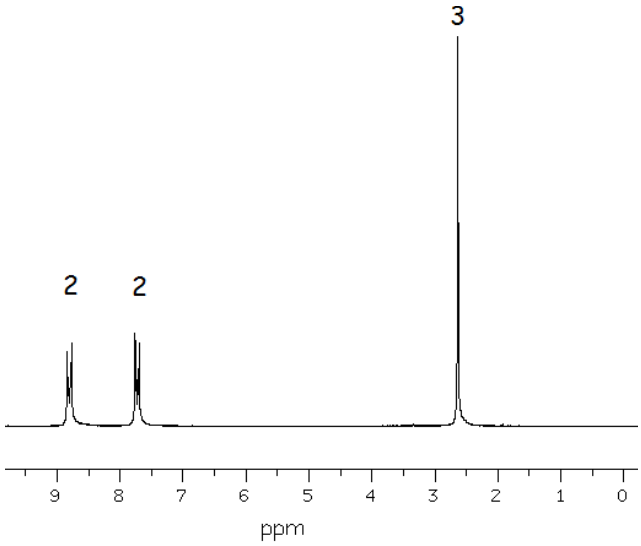


Figure 3 : *spectre ^{1}H-RMN du composé II*

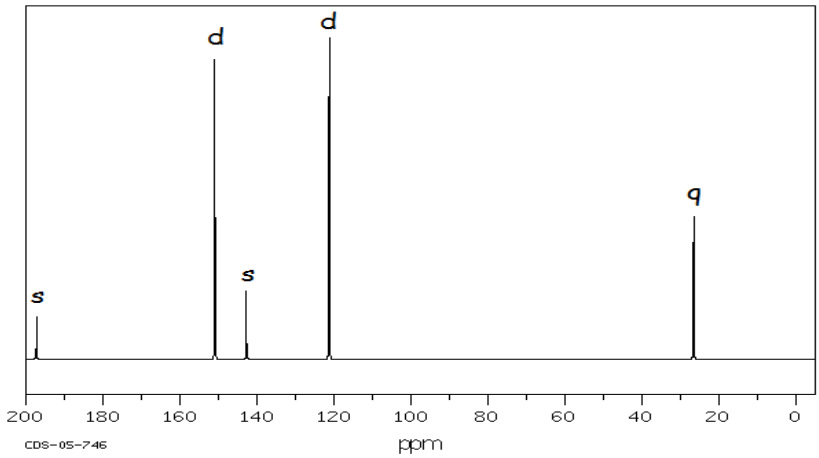


Figure 4: ***spectre ^{13}C-RMN du composé II***

A. Spectre de masse
   1- Donner la valeur du pic de base et de l'ion moléculaire.
   2- Déterminer la formule moléculaire de la molécule analysée. (une analyse élémentaire indique une composition de 69,4% de C, 5,8% d'H et 13,2% d'O)
   3- Calculer le nombre d'insaturation qu'elle contient.

B. À l'aide de l'énoncé et de vos réponses précédentes, proposez la structure la plus probable du précurseur **II**. (Justifier votre réponse)

Deux molécules du composé **II** vont réagir en une réaction de dimérisation pour fournir le composé **I** souhaité.

C. Structure de **I**
   1- Sachant que la molécule est symétrique, indiquer les 3 différentes formules possibles de **I**. (masse exacte de **I** = 240 g.mol^{-1})
   2- En vous appuyant sur le spectre de corrélation ^{1}H-^{1}H (Figure 6), donner la formule réelle du composé **I**. (justifier votre choix)

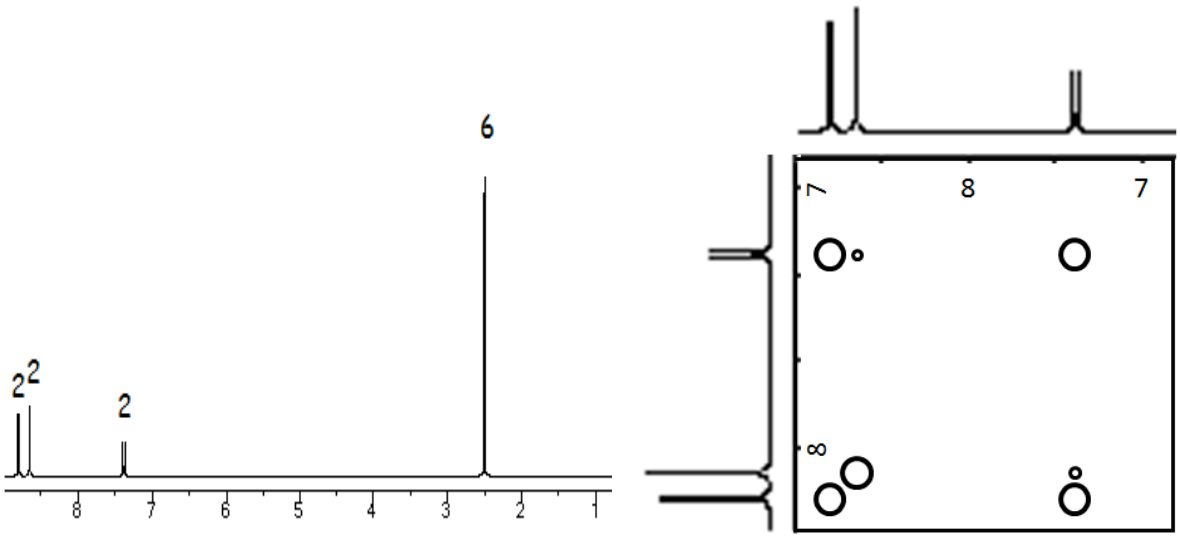


Figure 5: ***spectre ^{1}H-RMN du composé I (simulation)***

Figure 6: ***spectre ^{1}H-^{1}H COSY du composé I (simulation)***

Le composé formé a la capacité de complexer des métaux. Il va être utilisé pour dépolluer une eau contenant du plomb. Après chélation le complexe précipite et est éliminé par filtration.

D. *Quelle technique d'analyse conseilleriez vous pour mesurer de façon précise la concentration du plomb restant en dans le filtrat

E. *La solution inconnue et les solutions étalons n'ont pas la même viscosité.
   1- Décrire succinctement le principe de fonctionnement d'un nébuliseur et d'une chambre de nébulisation. (4-5 lignes maximum et éventuellement 1 ou 2 schémas)
   2- En déduire pourquoi il faut utiliser la méthode des ajouts dosés pour avoir une mesure fiable.

20 décembre 2012

Examen Méthodes spectroscopiques 2

Durée 2 h

Calculatrice et tables spectroscopiques (fournies en début d'année) autorisées

_____

Exercice 1 : Questions de cours (toutes les questions sont indépendantes) (4 pts – 15 min)

1- Qu'est-ce qu'une minéralisation, à quoi sert-elle ? (donner quelques exemples) ? (pas plus de 10 lignes)

2- Donner les qualités d'un solvant idéal en spectroscopie UV-visible

Exercice 2 : QCM (toutes les questions sont indépendantes) (2 pts – 10 min)

Pour chacune des questions suivantes sélectionner la (les) réponse(s) appropriée(s)

- Vous voulez étudier la structure d'une molécule, quelle(s) technique(s) pouvez-vous utiliser ?
  - La spectroscopie UV-visible
  - L'absorption atomique
  - La spectrométrie RMN
  - La spectrométrie de masse

- Quelle(s) transition(s) électronique(s) est (sont) interdite(s)
  - $\sigma \rightarrow \sigma^*$
  - $n \rightarrow \sigma^*$
  - $\pi \rightarrow \pi^*$
  - $n \rightarrow \pi^*$

- Quel(s) dispositif(s) permet(tent) de séparer les différentes longueurs d'onde ?
    - Le miroir semi-réfléchissant
    - Le prisme
    - Le photomultiplicateur
    - Le réseau

- Quel(s) point(s) commun(s) y a-t-il en l'émission de flamme et l'absorption atomique ?
    - Le type d'éléments analysés
    - La source lumineuse
    - Le détecteur
    - Le nébulisateur

- Dans quel(s) cas, le spectre de masse présentera un pic correspondant à l'ion moléculaire ?
    - L'électrospray
    - L'impact électronique
    - Le MALDI
    - L'ionisation chimique

- En spectrométrie de masse, quel(s) analyseur(s) pourra(ont) être facilement couplé(s) à une technique de séparation ?
    - Trappe ionique
    - Le secteur électromagnétique
    - Quadripôle

- En spectroscopie UV-visible pour mesurer l'absorbance à 250 nm d'un composé dissout dans l'eau, vous pouvez utiliser une cuve
    - En verre
    - En plastique
    - En quartz
    - En silice fondue

Problème 1 : étude du composé I (6 pts - 35 min)

1) Dessiner qualitativement le massif isotopique de Cl, Cl_2, Cl_3
2) Sachant qu'une analyse par spectrométrie de masse donne un massif isotopique de type : M = 42%, M+2 = 42%, M+4 = 14%, M+6 = 1,5%, déterminer le nombre d'atomes de chlore contenus dans la molécule I.
3) L'étude analytique du composé I à abouti aux spectres suivants

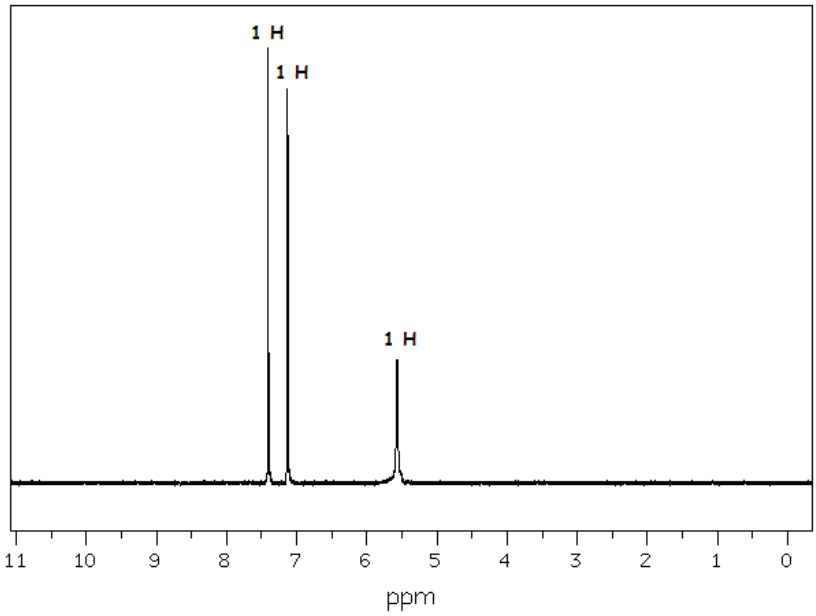


Figure 1 : Spectre RMN ^{1}H de I

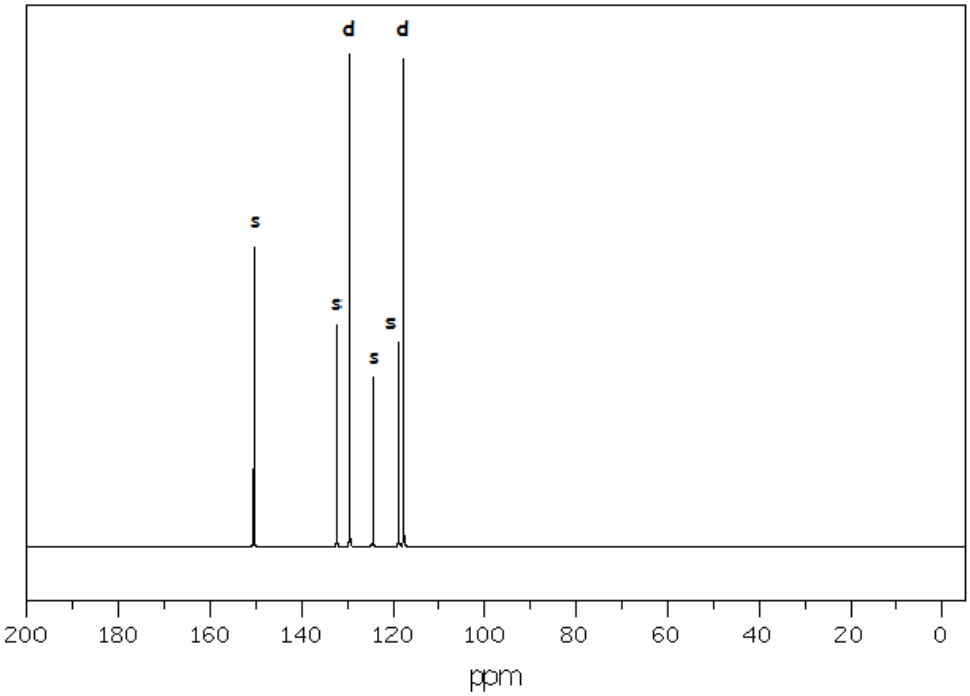


Figure 2 : Spectre RMN ^{13}C de I

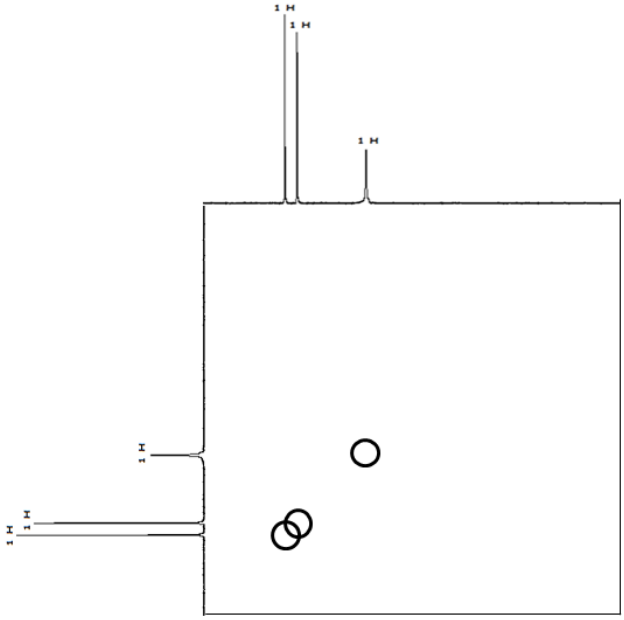


Figure 3 : Spectre de corrélation ^{1}H-^{1}H de I

On sait également que le pic moléculaire en spectrométrie de masse est à 196 Da (intensité relative 42%) et qu'à 197 Da apparait un pic d'intensité 2,77%.

a- Donner la formule moléculaire du composé I
b- Calculer le nombre d'insaturations qu'elle contient
c- Donner la structure probable du composé (justifiez votre réponse)

4) Ce composé est produit par une entreprise qui fabrique de l'herbicide sélectif, cependant si le composé est chauffé trop fortement, il dimérise pour donner de la dioxine (composé extrêmement toxique) et plusieurs molécules d'un composé corrosif d'ion moléculaire 36 Da. La dioxine est un tricycle symétrique de masse 320 Da. Donner la formule de la dioxine et du sous produit corrosif.

5) Que proposeriez-vous comme technique pour détecter des traces de ce produit et pour quelles raisons ?

Problème 2 : (8 pts - 60 min)

A - étude du composé II

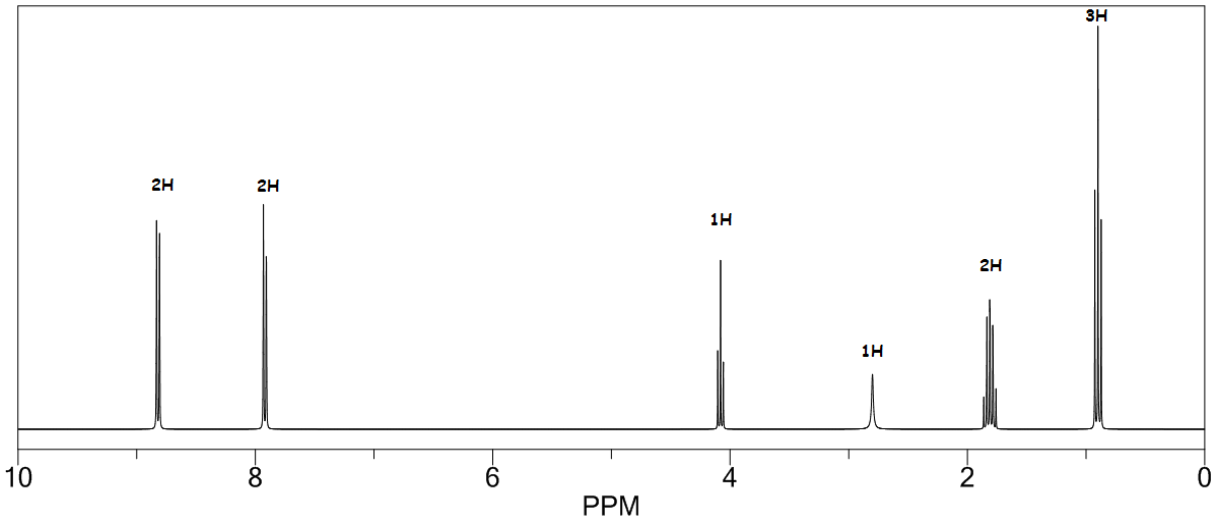


Figure 4 : Spectre RMN ^{1}H de II

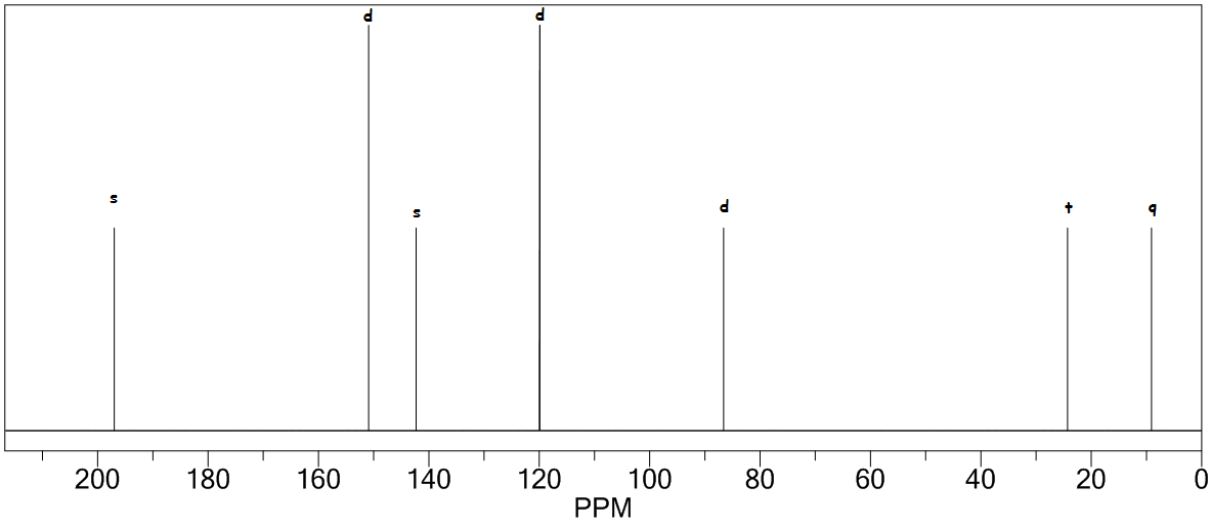
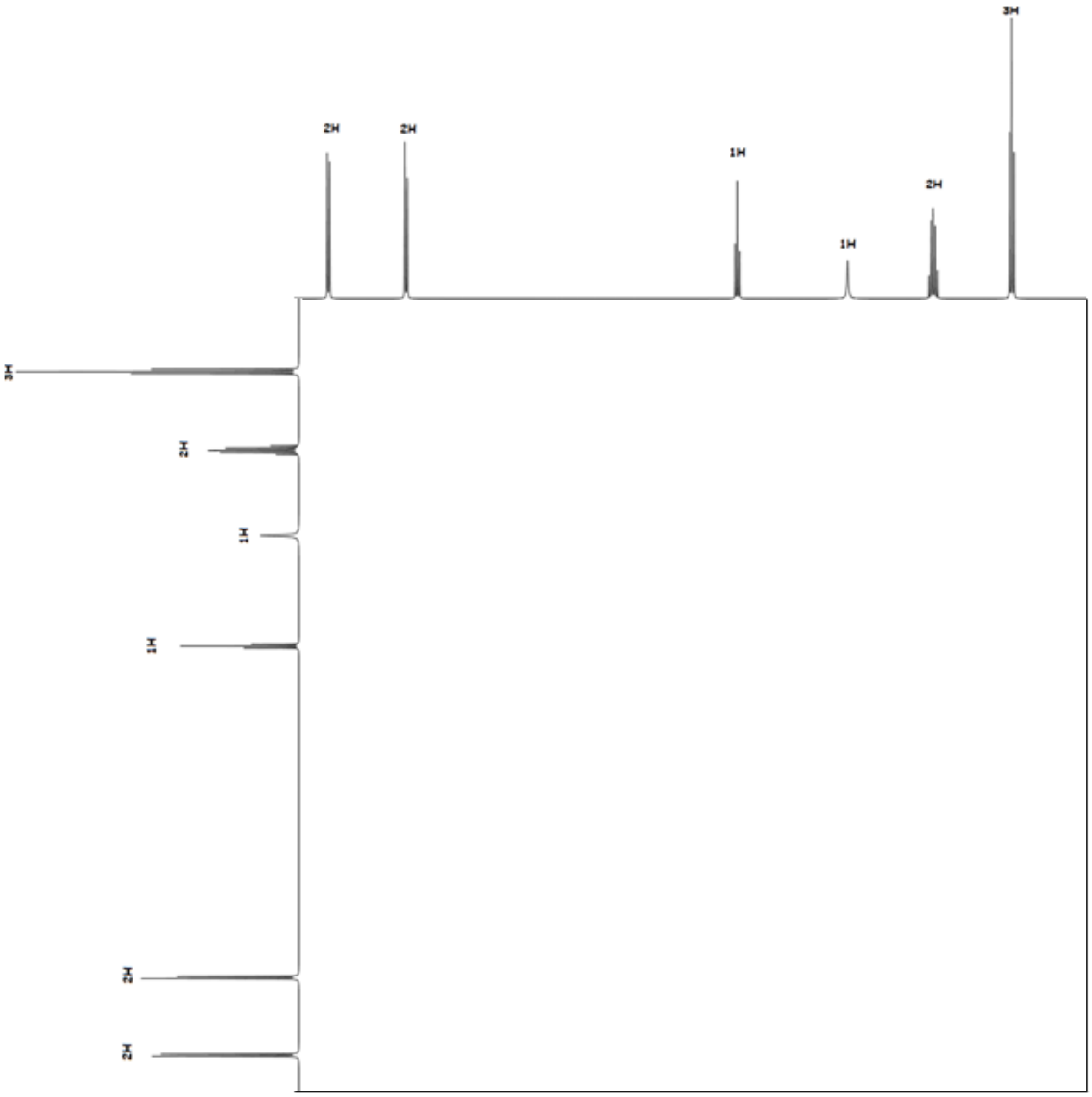


Figure 5 : Spectre RMN ^{13}C de II

1- Sachant que le pic moléculaire est à 165 Da (intensité 100%) et qu'on a la présence d'un pic à 166 Da (intensité 10,26%) et à 167 Da (intensité 0,84%) déterminer la formule brute du composé II.
2- Calculer le nombre d'insaturations qu'il contient.
3- Un spectre de masse obtenu par impact électronique nous donne des fragments à 78, 87, 106, 137 et 147 Da. Compte tenu de ces informations, de vos réponses aux questions précédentes et des spectres RMN, proposez une structure probable du composé II et identifier tous les fragments.
4- Proposer un mécanisme pour la formation du fragment à 137 Da.

5- Dessiner le spectre de corrélation ^{1}H-^{1}H du composé II (vous pouvez donner votre réponse directement sur la figure suivante).



B- Analyse du composé III

1- Le composé II est chauffé jusqu'à obtenir le composé III de masse 147. Donner la formule de ce nouveau composé
2- Les spectres d'absorption UV-visible du composé II et III se ressemblent, la seule différence est un effet bathochrome et hyperchrome observé sur les différentes bandes d'absorption de III. Expliquer la raison de ce changement.
3- Afin, d'obtenir plus d'informations sur la bande principale d'absorption en UV-Visible de III, une analyse est conduite en solvant apolaire puis polaire. Un effet bathochrome est observé quand on augmente la polarité du solvant. Quelle conclusion pouvez-vous tirer quant à l'identité de la transition à l'origine de cette bande et pourquoi ?

20 décembre 2013

Examen Méthodes spectroscopiques 2

Durée 2 h

Calculatrice et tables spectroscopiques (fournies en début d'année) autorisées

_____

Exercice 1 : Questions de cours (toutes les questions sont indépendantes) (6 pts – 25 min)

1- En spectrométrie de masse, quels analyseurs peuvent-être couplés à une technique de séparation et pourquoi ?

2- Citez les différents matériaux employés pour faire une cuve pour la spectroscopie UV-visible et dites brièvement dans quels cas il faut les utiliser.

3- Décrivez le phénomène d'émission atomique et l'influence de la température sur le signal émis.

4- Comment obtient-on le plasma utilisé en ICP ?

5- Quel est l'ordre de grandeur des limites de détection pour la majorité des éléments en ICP AES et en ICP MS ?

6- Qu'est-ce qu'une interférence optique ?

Problème 1 : étude du composé I (6 pts - 35 min)

1) Dessiner qualitativement le massif isotopique de Cl, Cl_2, Cl_3
2) Sachant qu'une analyse par spectrométrie de masse donne un massif isotopique de type : M = 42%, M+2 = 42%, M+4 = 14%, M+6 = 1,5%, déterminer le nombre d'atomes de chlore contenus dans la molécule I.
3) L'étude analytique du composé I à abouti aux spectres suivants

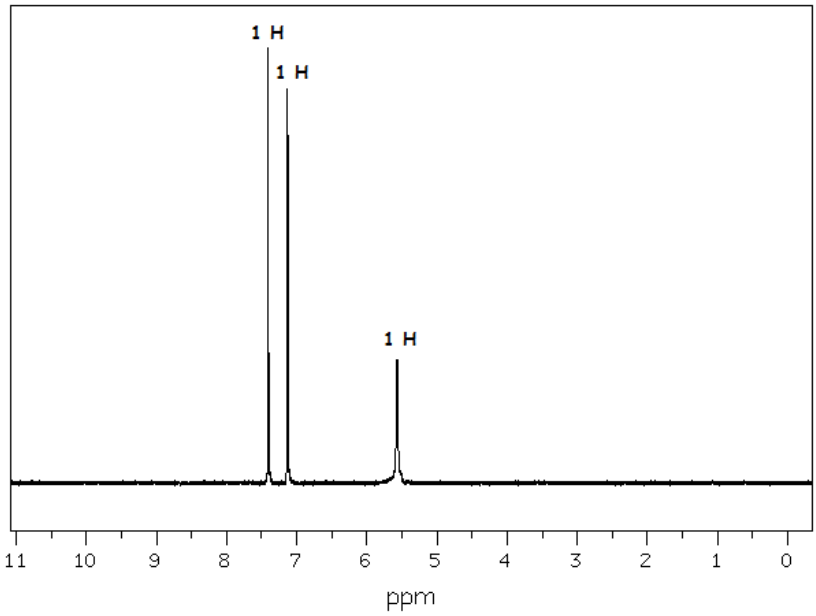


Figure 1 : Spectre RMN ^{1}H de I

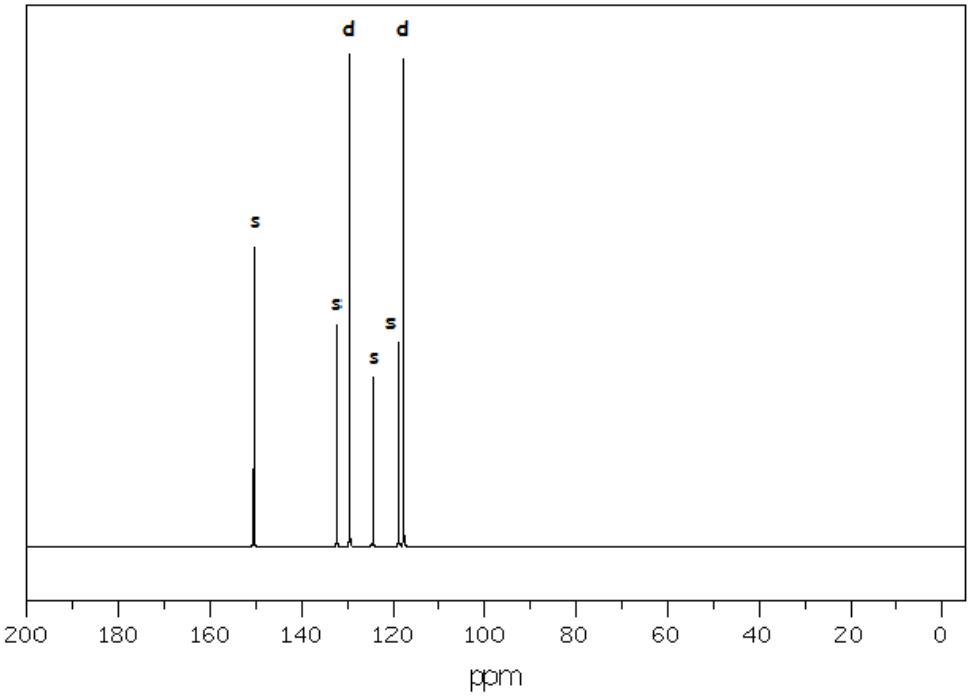


Figure 2 : Spectre RMN ^{13}C de I

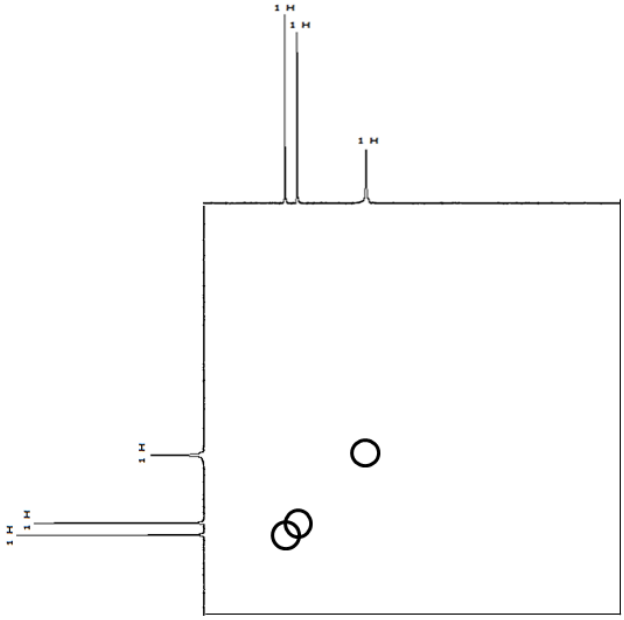


Figure 3 : Spectre de corrélation ^{1}H-^{1}H de I

On sait également que le pic moléculaire en spectrométrie de masse est à 196 Da (intensité relative 42%) et qu'à 197 Da apparait un pic d'intensité 2,77%.

a- Donner la formule moléculaire du composé I
b- Calculer le nombre d'insaturations qu'elle contient
c- Donner la structure probable du composé (justifiez votre réponse)

4) Ce composé est produit par une entreprise qui fabrique de l'herbicide sélectif, cependant si le composé est chauffé trop fortement, il dimérise (réaction de deux molécules du composé I entre elles) pour donner de la dioxine (composé extrêmement toxique) et plusieurs molécules d'un composé corrosif d'ion moléculaire 36 Da. La dioxine est un tricycle symétrique de masse 320 Da. Donner la formule de la dioxine et du sous produit corrosif.

5) Que proposeriez-vous comme technique pour détecter des traces de ce produit et pour quelles raisons ?

Problème 2 : (8 pts - 60 min)

A - étude du composé II

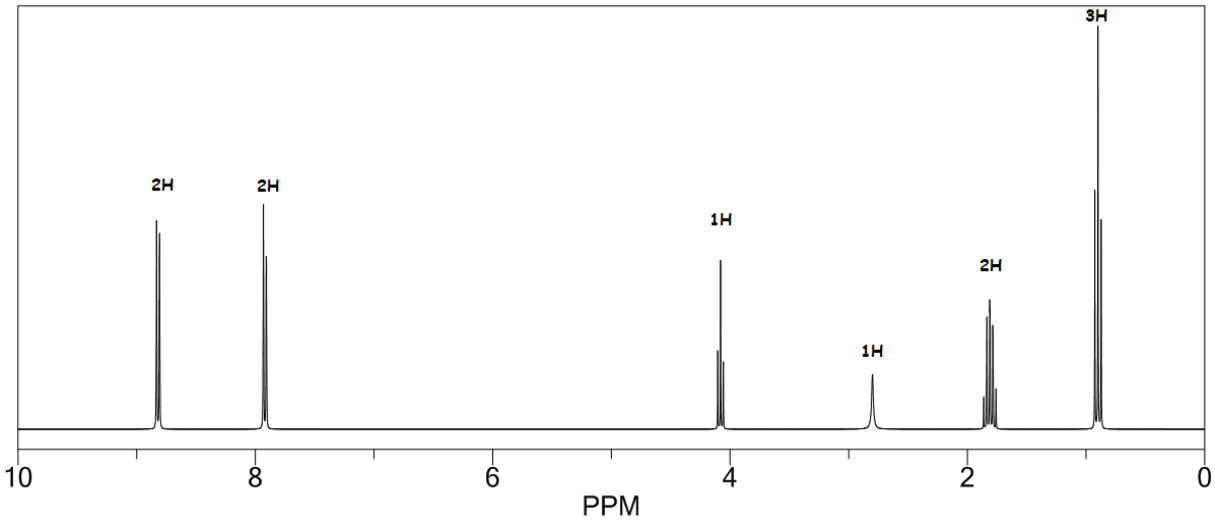


Figure 4 : Spectre RMN ^{1}H de II

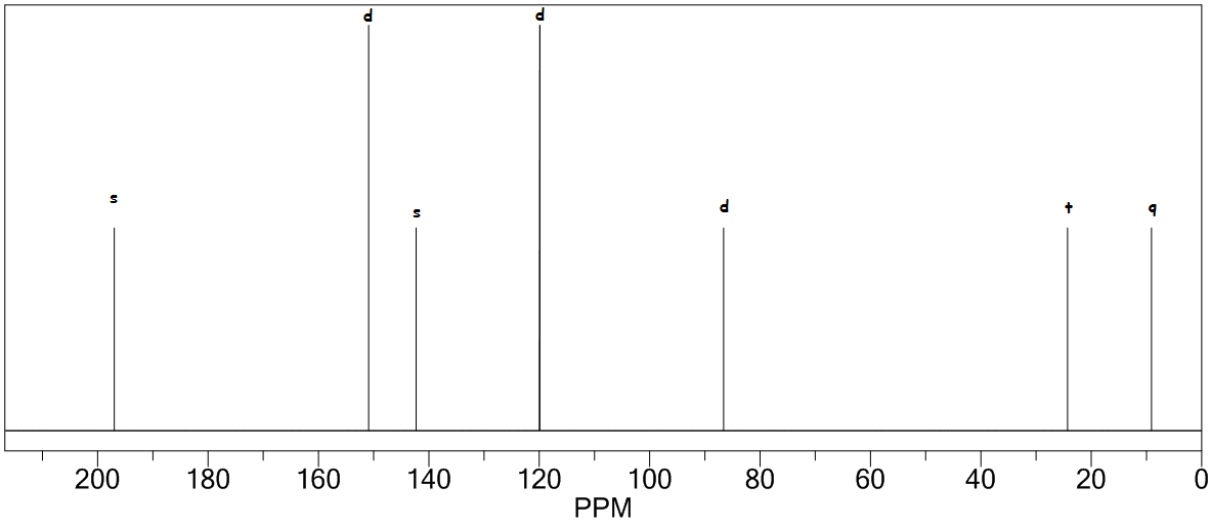
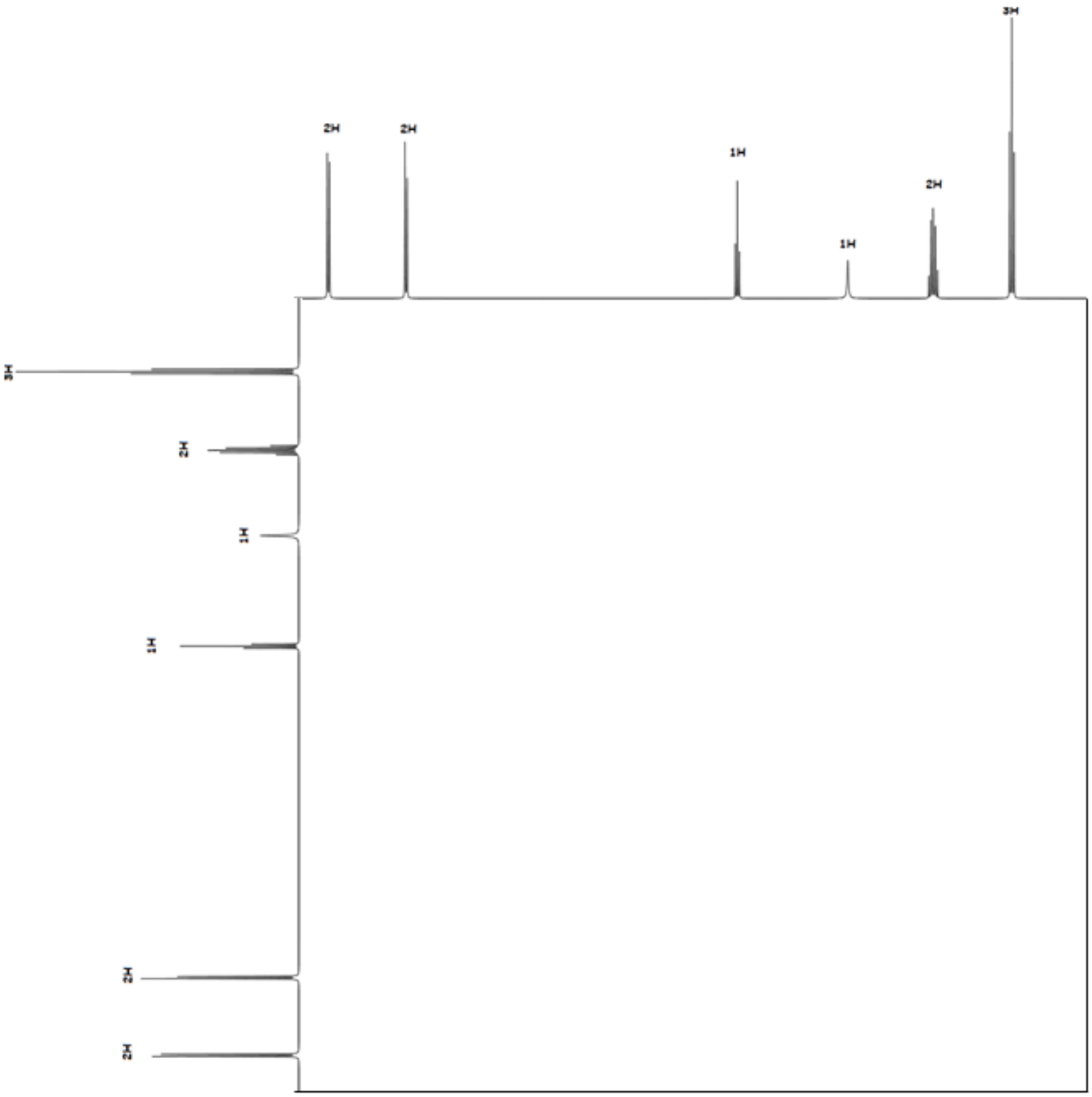


Figure 5 : Spectre RMN ^{13}C de II

1- Sachant que le pic moléculaire est à 165 Da (intensité 100%) et qu'on a la présence d'un pic à 166 Da (intensité 10,26%) et à 167 Da (intensité 0,84%) déterminer la formule brute du composé II.
2- Calculer le nombre d'insaturations qu'il contient.
3- Un spectre de masse obtenu par impact électronique nous donne des fragments à 78, 87, 106, 137 et 147 Da. Compte tenu de ces informations, de vos réponses aux questions précédentes et des spectres RMN, proposez une structure probable du composé II et identifier tous les fragments.
4- Proposer un mécanisme pour la formation du fragment à 137 Da.

5- Dessiner le spectre de corrélation ^{1}H-^{1}H du composé II (vous pouvez donner votre réponse directement sur la figure suivante).



B- Analyse du composé III

1- Le composé II est chauffé jusqu'à obtenir le composé III de masse 147. Donner la formule de ce nouveau composé
2- Les spectres d'absorption UV-visible du composé II et III se ressemblent, la seule différence est un effet bathochrome et hyperchrome observé sur les différentes bandes d'absorption de III. Expliquer la raison de ce changement.
3- Afin, d'obtenir plus d'informations sur la bande principale d'absorption en UV-Visible de III, une analyse est conduite en solvant apolaire puis polaire. Un effet bathochrome est observé quand on augmente la polarité du solvant. Quelle conclusion pouvez-vous tirer quant à l'identité de la transition à l'origine de cette bande et pourquoi ?

Nom :

18 décembre 2015

Examen Méthodes spectroscopiques 2

Durée 2 h

Calculatrice (sans note de cours) et tables spectroscopiques (fournies en début d'année) autorisées

Les temps et points indiqués sont à titre indicatif

Exercice 1 : Questions de cours (toutes les questions sont indépendantes) (4 pts – 25 min)

1- Qu'est-ce qu'un plasma ? (pas plus de 10 lignes)

2- Expliquer les différences qu'il y a entre justesse et répétabilité (n'hésitez pas à illustrer vos propos par des schémas)

3- Donner les qualités d'un solvant idéal en spectroscopie UV-visible

Exercice 2 : QCM (toutes les questions sont indépendantes) (2 pts – 15 min)

Pour chacune des questions suivantes sélectionner la (les) réponse(s) appropriée(s)

- Vous voulez étudier la structure d'une molécule, quelle(s) technique(s) pouvez-vous utiliser ?
  - ☐ La spectroscopie UV-visible
  - ☐ L'absorption atomique
  - ☐ La spectrométrie RMN
  - ☐ La spectrométrie de masse

- Quelle(s) transition(s) électronique(s) n'est (ne sont) pas interdite(s)
  - ☐ $\sigma \rightarrow \sigma^*$
  - ☐ $n \rightarrow \sigma^*$
  - ☐ $\pi \rightarrow \pi^*$
  - ☐ $n \rightarrow \pi^*$

Nom :

- Un changement de polarité du solvant sur des bandes d'absorption peut entraîner un effet
  - ☐ Hypsochrome
  - ☐ Bathochrome
  - ☐ Hyperchrome
  - ☐ Hypochrome

- Quel(s) dispositif(s) permet(tent) de séparer les différentes longueurs d'onde ?
  - ☐ Le miroir semi-réfléchissant
  - ☐ Le prisme
  - ☐ Le photomultiplicateur
  - ☐ Le réseau

- Quelle(s) différence(s) y a-t-il en l'émission de flamme et l'absorption atomique ?
  - ☐ Le type d'éléments analysés
  - ☐ La source lumineuse
  - ☐ Le détecteur
  - ☐ Le nébulisateur

- Quel(s) « élément(s) » peut(peuvent) entrer dans la composition d'une lampe à cathode creuse ?
  - ☐ L'élément analysé
  - ☐ De l'argon
  - ☐ Une anode en tungstène
  - ☐ Une diode électro luminescente

- Dans quel(s) cas, le spectre de masse présentera un pic correspondant à l'ion pseudomoléculaire ?
  - ☐ L'électrospray
  - ☐ L'impact électronique
  - ☐ Le MALDI
  - ☐ L'ionisation chimique

- En spectrométrie de masse, quel analyseur vous permettra d'obtenir la masse la plus précise ?
  - ☐ Trappe ionique
  - ☐ Le secteur électromagnétique
  - ☐ Quadripôle

Nom :

Problème 1 : étude du composé I (7 pts - 40 min)

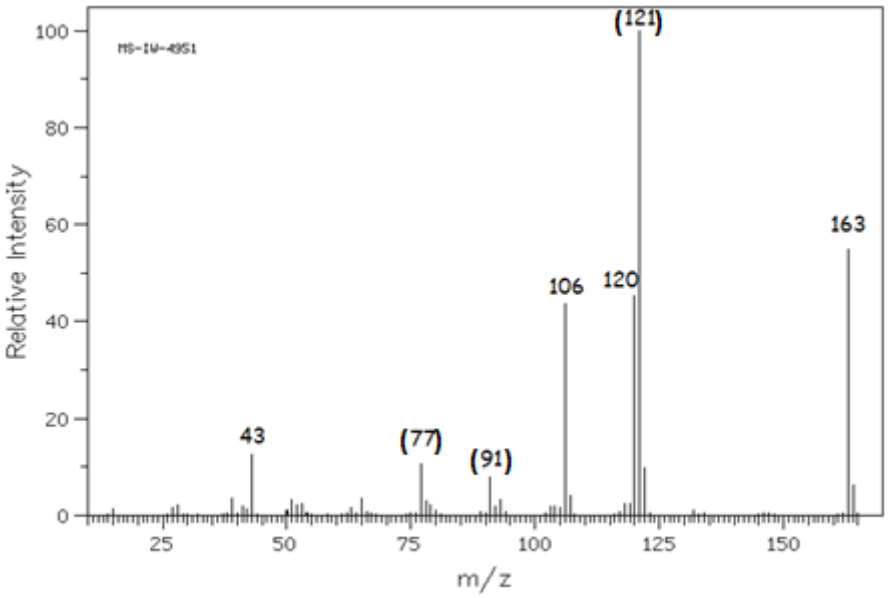


Figure 1 : spectre de masse de I (impact électronique)

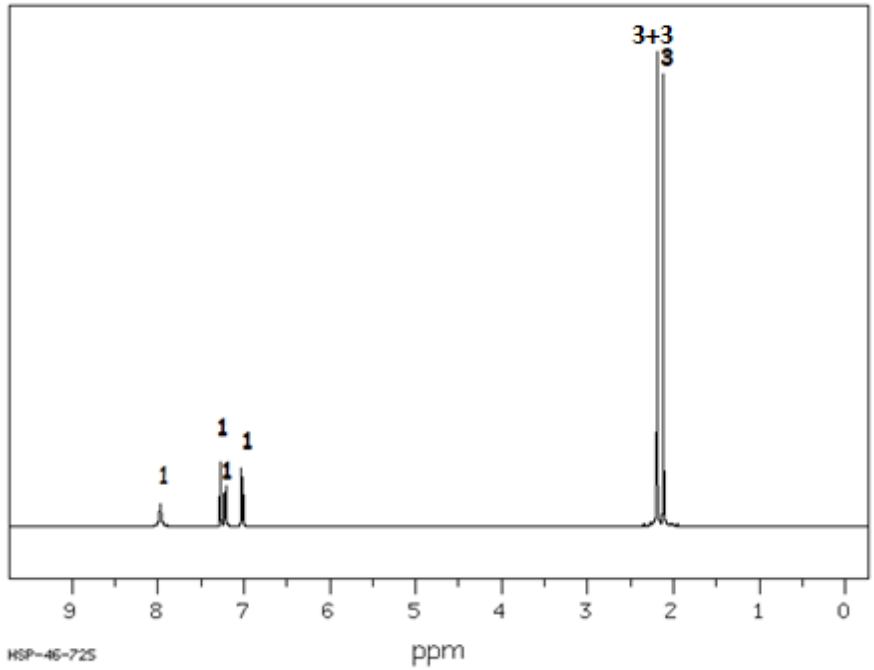


Figure 2 : Spectre RMN ^{1}H de I

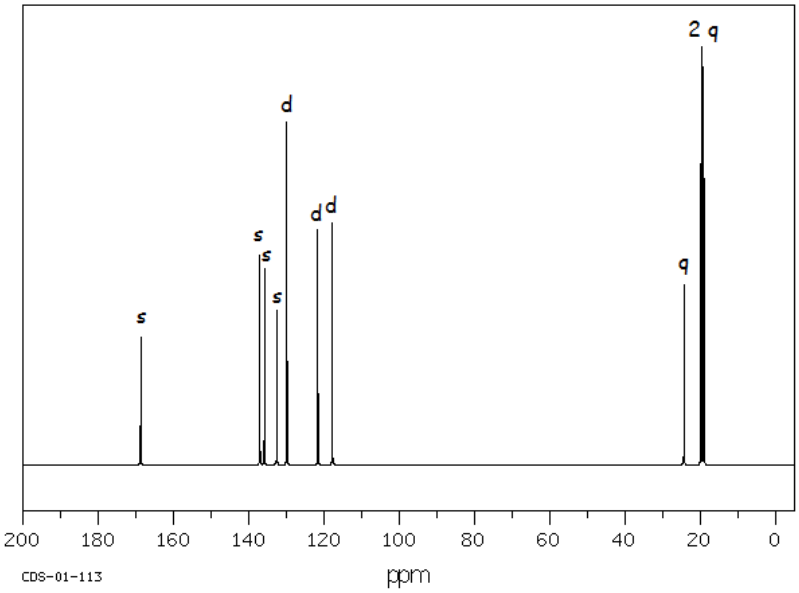


Figure 3 : Spectre RMN ^{13}C de I

A – Spectre de masse

1- Donner la valeur du pic de base et de l'ion moléculaire.
2- Déterminer la formule moléculaire de la molécule étudiée (une analyse élémentaire partielle indique une composition de 73,6 % de C, 8,0 % d'H et 9,8 % d'O).
3- Calculer le nombre d'insaturations qu'elle contient.

B- À l'aide de l'énoncé et de vos réponses précédentes, proposez la structure la plus probable du composé étudié (justifiez votre réponse).

C- RMN 2D

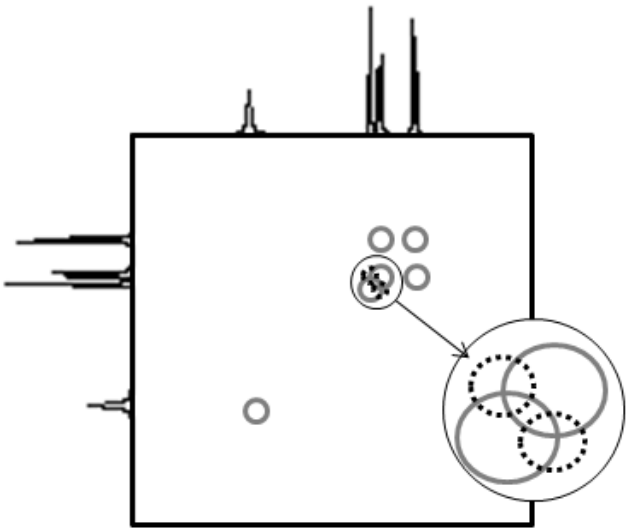


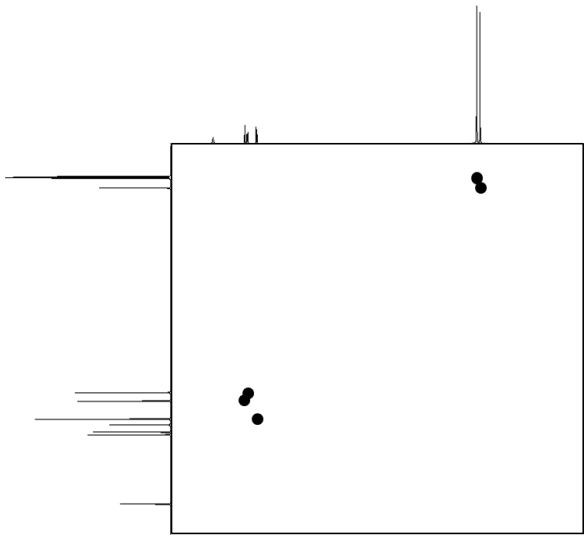
Figure 4 : Spectre RMN 2D de I (corrélation ^{1}H-^{1}H)

1- Attribuer tous les signaux du spectre RMN ^{1}H 1D grâce au spectre ^{1}H-^{1}H COSY (RMN 2D ^{1}H-^{1}H). Les couplages faibles sont indiqués en pointillés.

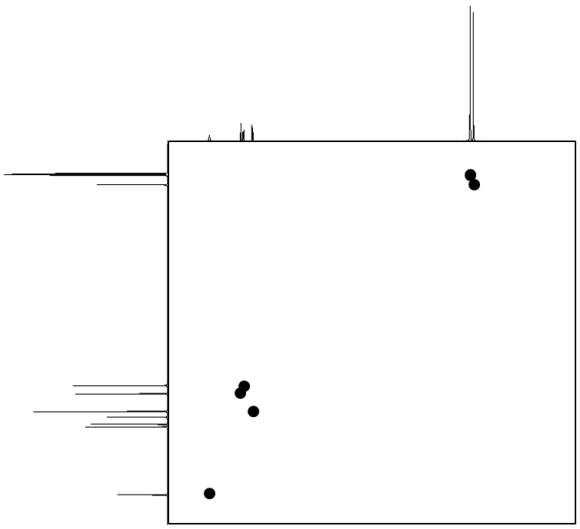
Nom :

2- Quel spectre HMQC (RMN 2D ^{1}H-^{13}C) présenté ci-dessous correspond à la molécule étudiée.

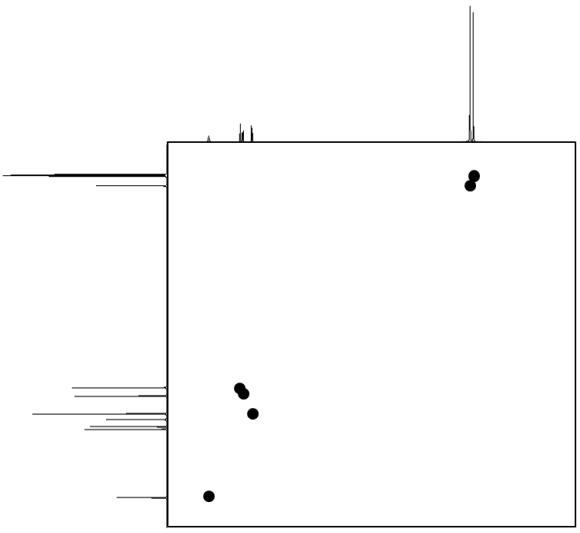
A)



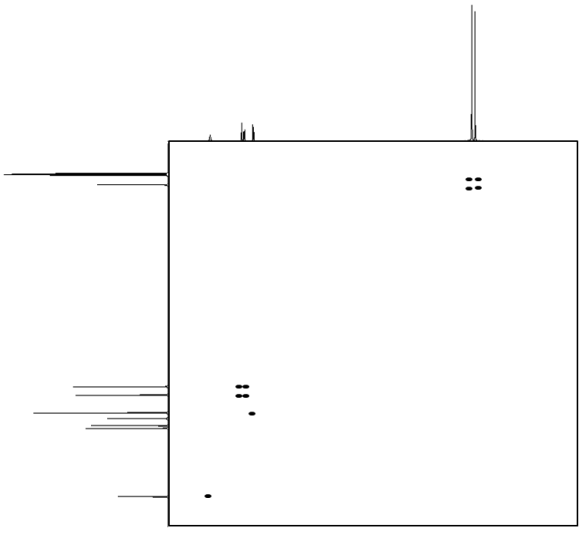
B)



C)



D)



Nom :

Problème 2 : étude du composé II (7 pts - 40 min)

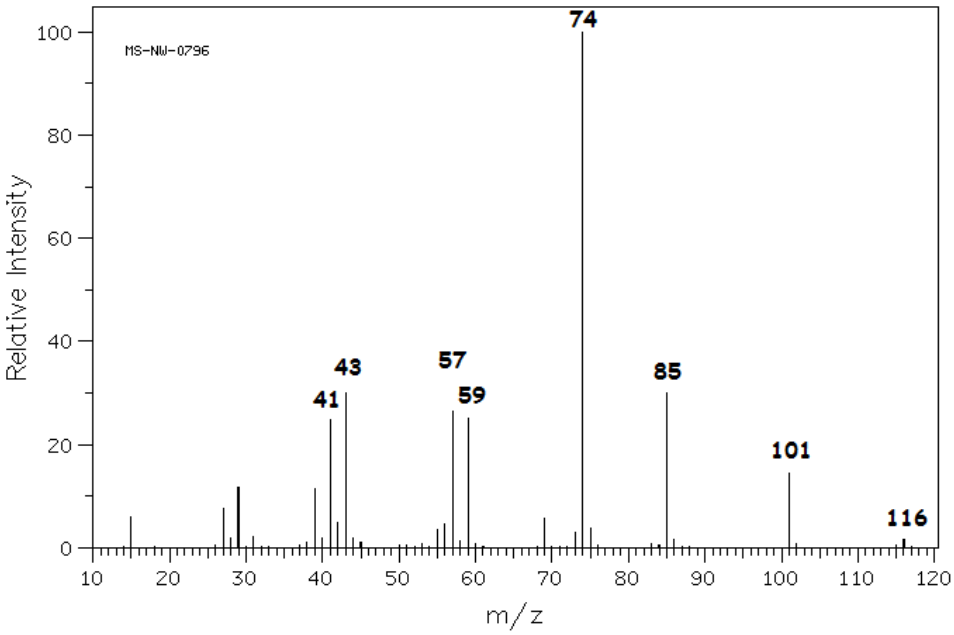


Figure 5 : Spectre de masse de II (impact électronique)

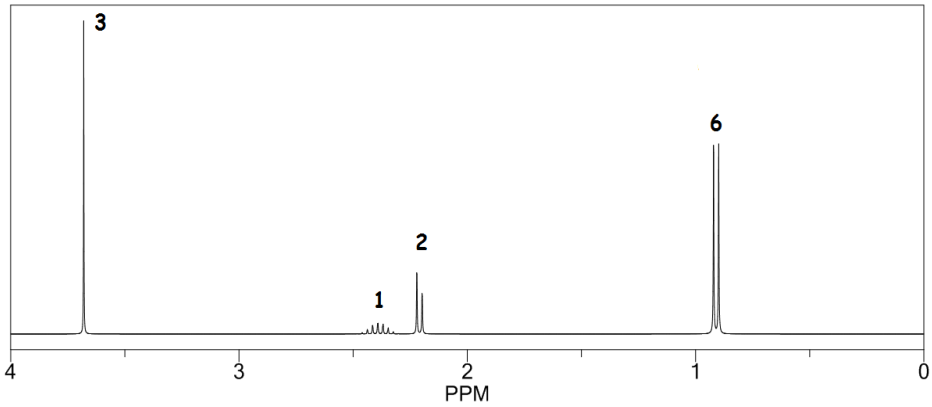


Figure 6 : Spectre RMN ^{1}H de II

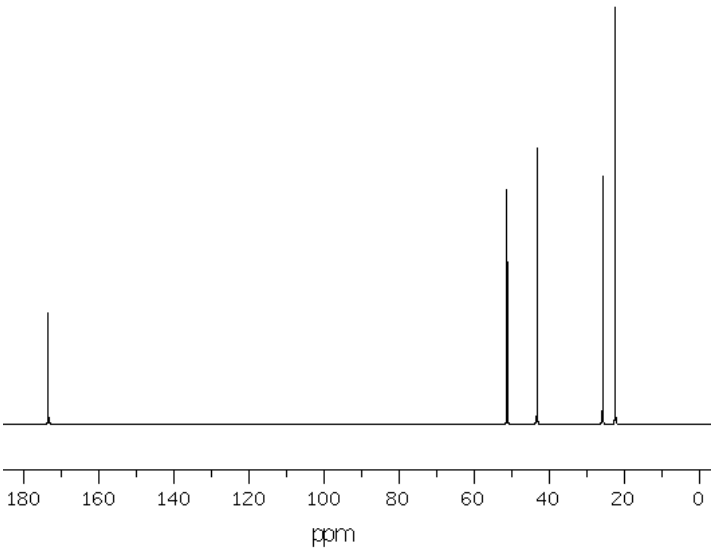


Figure 7 : Spectre RMN ^{13}C de II

Nom :

A – Spectre de masse

1- Donner la valeur du pic de base et de l'ion moléculaire.
2- Déterminer la formule moléculaire de la molécule étudiée (la molécule ne contient que du carbone, de l'hydrogène et de l'oxygène). Indication : l'abondance de M+1 par rapport à M est de 6,6 % et l'abondance de M+2 par rapport à M est de 0,58%.
3- Calculer le nombre d'insaturations qu'elle contient.

B- Analyse des spectres

1- À l'aide de l'énoncé et de vos réponses précédentes, proposez la structure la plus probable du composé étudié (justifiez votre réponse).
2- Attribuer tous les pics annotés sur le spectre de masse à leur fragment (cf. Figure 5).
3- Préciser et dessiner le mécanisme de formation du fragment responsable du pic 74 Da.

C- Dessiner les spectres de corrélation ^{1}H-^{1}H et ^{1}H-^{13}C (indiquer les taches de corrélation directement sur la Figure 8 et la Figure 9 de l'énoncé)

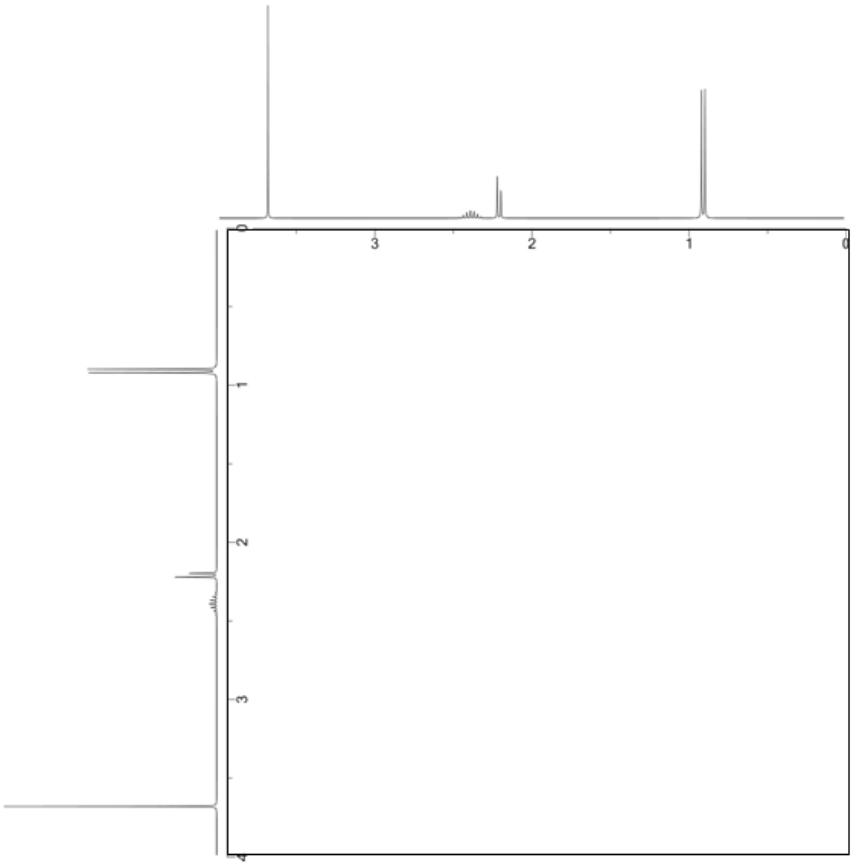


Figure 8 : Spectre de corrélation ^{1}H-^{1}H de II (à compléter)

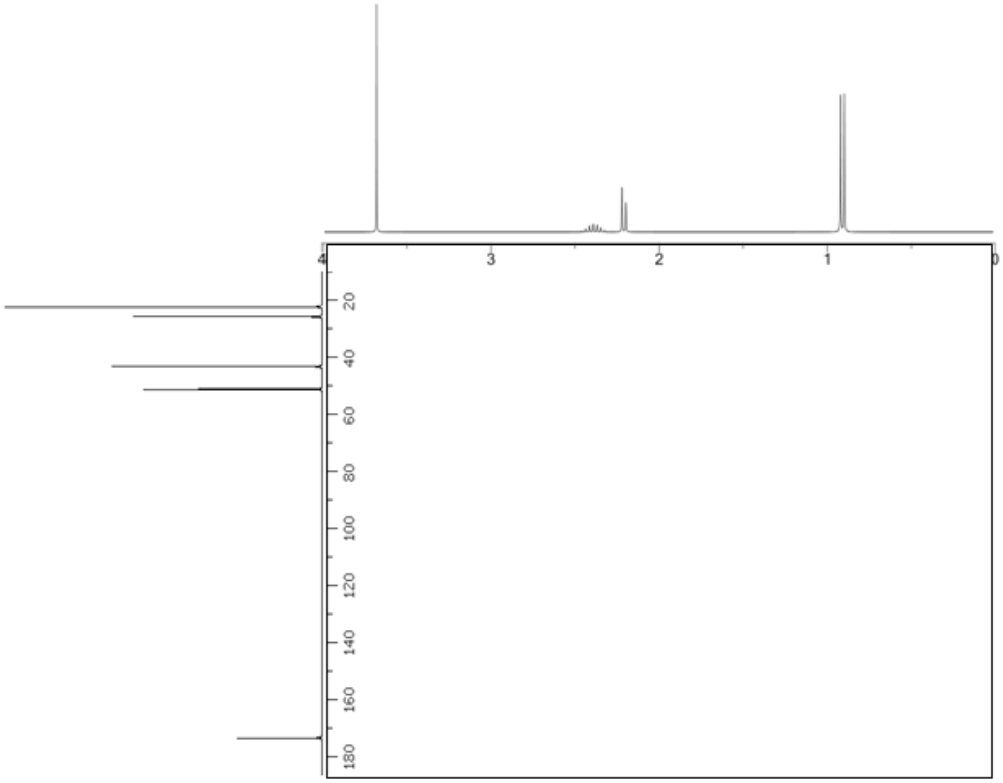


Figure 9 : Spectre de corrélation ^{1}H-^{13}C de II (à compléter)

D- Dessiner l'allure approximative de l'amas isotopique (M, M+1, M+2, M+3) si un des hydrogènes était remplacé par un chlore puis si un des hydrogènes était remplacé par un chlore et un autre par un brome (dans ce cas dessiner M, M+1, M+2, M+3, M+4, M+5). (*On prendra comme abondance ^{35}Cl=75%/^{37}Cl=25% et ^{79}Br=50%/^{81}Br=50%*)

Nom :

9 décembre 2016

Examen Méthodes spectroscopiques 2

Durée 2 h

Calculatrice (sans note de cours) et tables spectroscopiques (fournies en début d'année) autorisées

Les temps et points indiqués sont à titre indicatif

Exercice 1 : Questions de cours (toutes les questions sont indépendantes) (4 pts – 15 min)

1- Qu'est-ce qu'une minéralisation, à quoi sert-elle ? (donner quelques exemples - 10 lignes maximum)

2- Décrire en quelques lignes l'absorption électrothermique (principe, avantages et inconvénients).

Exercice 2 : QCM (toutes les questions sont indépendantes) (2 pts – 15 min)

Pour chacune des questions suivantes sélectionner la (les) réponse(s) appropriée(s)

- Vous voulez doser des traces d'un composé, quelle(s) technique(s) pouvez-vous utiliser ?
  - ☐ La spectroscopie UV-visible
  - ☐ L'absorption atomique
  - ☐ La spectrométrie RMN
  - ☐ La spectrométrie de masse

- Quelle(s) transition(s) électronique(s) est (sont) interdite(s)
  - ☐ $\sigma \rightarrow \sigma^*$
  - ☐ $n \rightarrow \sigma^*$
  - ☐ $\pi \rightarrow \pi^*$
  - ☐ $n \rightarrow \pi^*$

- Un changement de polarité du solvant sur des bandes d'absorption peut entraîner un effet
  - ☐ Hypsochrome
  - ☐ Bathochrome
  - ☐ Hyperchrome
  - ☐ Hypochrome

- En spectrométrie de masse, quel(s) analyseur(s) pourra(ont) être facilement couplé(s) à une technique de séparation ?
  - ☐ Trappe ionique
  - ☐ Le secteur électromagnétique
  - ☐ Quadripôle

- Quelle(s) différence(s) y a-t-il en l'émission de flamme et l'absorption atomique ?
  - ☐ Le type d'éléments analysés
  - ☐ La source lumineuse
  - ☐ Le détecteur
  - ☐ Le nébulisateur

- En spectroscopie UV-visible pour mesurer l'absorbance à 250 nm d'un composé dissout dans l'eau, vous pouvez utiliser une cuve
  - ☐ En verre
  - ☐ En plastique
  - ☐ En quartz
  - ☐ En silice fondue

- Dans quel(s) cas, le spectre de masse présentera un pic correspondant à l'ion moléculaire ?
  - ☐ L'électrospray
  - ☐ L'impact électronique
  - ☐ Le MALDI
  - ☐ L'ionisation chimique

- En spectrométrie de masse, quel analyseur vous permettra d'obtenir la masse la plus précise ?
  - ☐ Trappe ionique
  - ☐ Le secteur électromagnétique
  - ☐ Quadripôle

Nom :

Problème 1 : étude du composé **1a** (8 pts - 45 min)

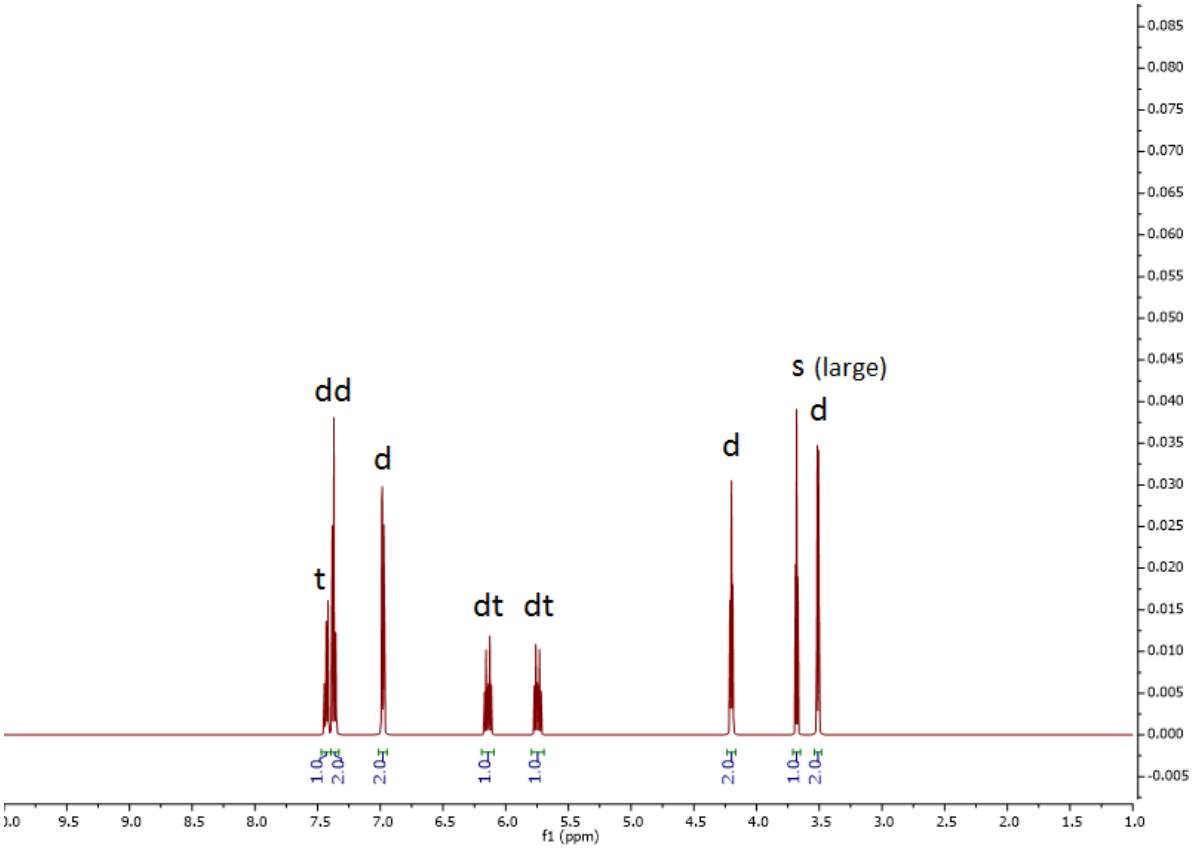


Figure 1 : Spectre RMN ^{1}H de 1a

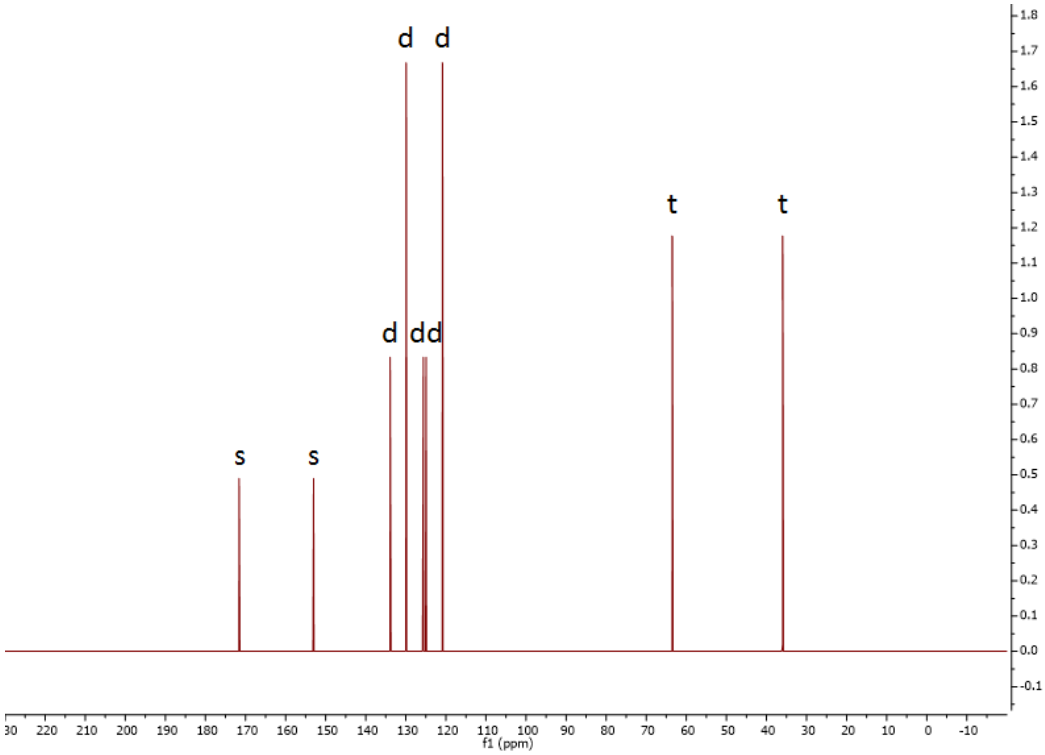


Figure 2 : Spectre RMN ^{13}C {^{1}H} de 1a

Nom :

*A – Spectre de masse de **1a***

Le spectre de masse présente des pics à 77 (30%), 99 (100%), 121 (55%), 135 (40%), 175 (25%) et 192 (10%).

1- Donner la valeur du pic de base et de l'ion moléculaire.
2- Déterminer la formule moléculaire de la molécule étudiée sachant qu'il est possible de détecter sur le spectre de masse un pic à 193 (1,19%) et à 194 (0,126%).
3- Calculer le nombre d'insaturations qu'elle contient.

*B – Détermination de la structure de **1a***

1- À l'aide de l'énoncé et de vos réponses précédentes, proposez 2 structures probables du composé étudié, isomères l'une de l'autre **1a** et **1a'** (justifiez votre réponse).
2- Après traitement à la soude de la molécule **1a** et acidification du milieu, le nouveau composé **1b** est analysé en spectrométrie de masse. L'ion moléculaire sort à 116 Da et le pic à 77 Da n'est plus visible. Expliquer la réaction qui a eu lieu.
3- Si **1a'** subit le même traitement (soude puis acidification), une réaction supplémentaire de cyclisation se produit donnant un produit **1b'** qui donne un ion moléculaire de 98 Da.

C – Dessiner le spectre de corrélation courte distance ^{1}H-^{1}H (indiquer les taches de corrélation directement sur la Figure 3 de l'énoncé en précisant, le cas échéant, les tâches de corrélation dues à un couplage faible)

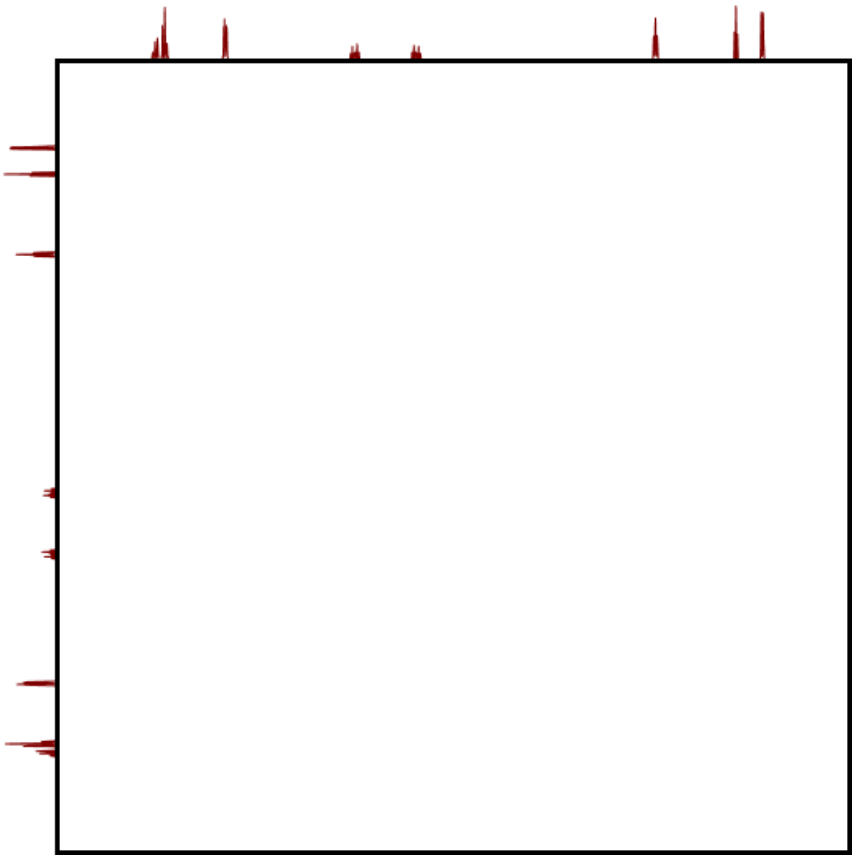


Figure 3 : Spectre de corrélation courte distance ^{1}H-^{1}H de 1a (à compléter)

Nom :

Problème 2 : étude du composé **2a** (8 pts - 45 min)

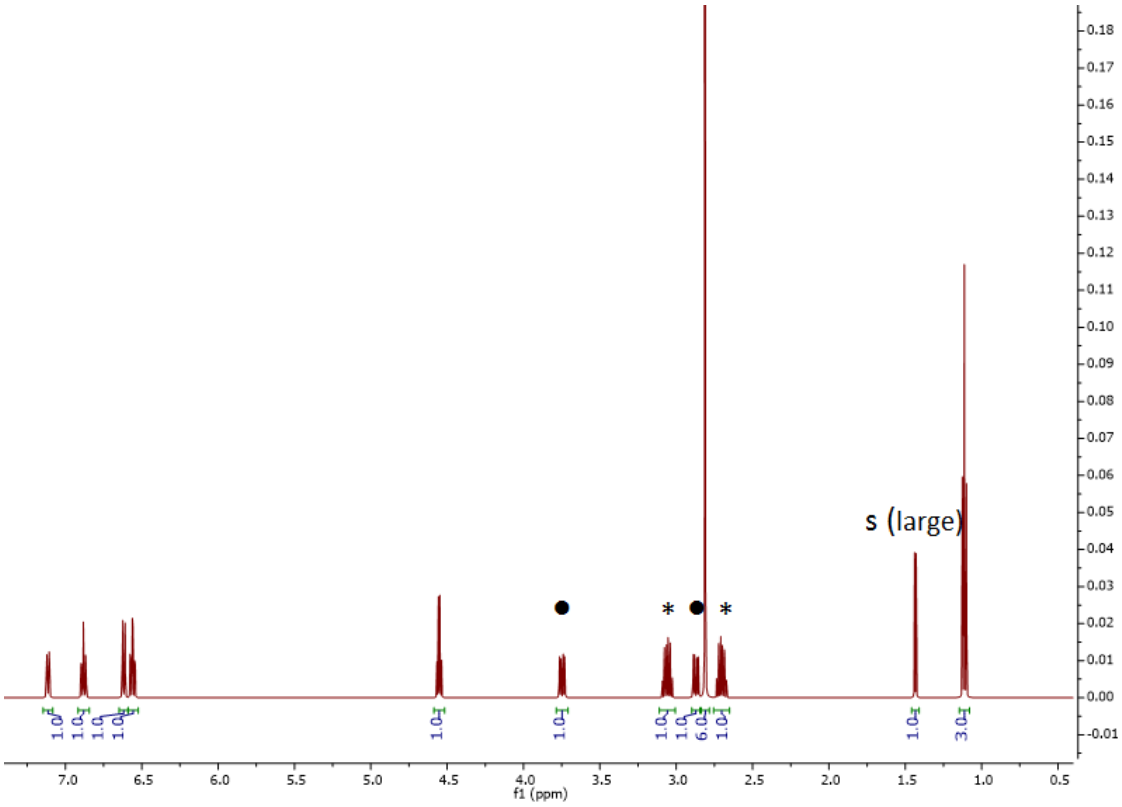


Figure 4 : Spectre RMN ^{1}H de 2a

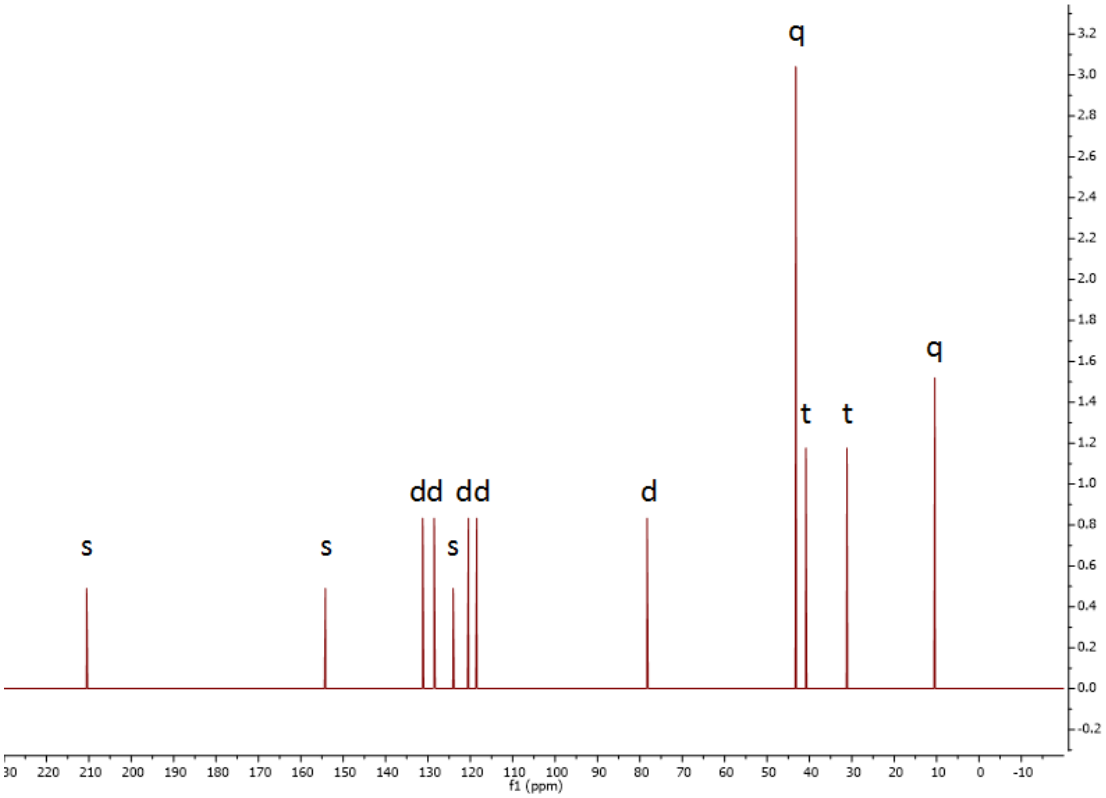


Figure 5 : Spectre RMN ^{13}C {^{1}H} de 2a

A – Formule moléculaire

Le spectre de masse présente des pics à 57 (100%), [77] (5%), 87 (30%), 120 (50%), 134 (40%), 164 (35%), 177 (25%), 192 (65%), 203 (15%), 220 (5%), 221 (10%). Les pics à M+1 et au-dessus ne sont pas précisés.

1- Donner la valeur du pic de base et de l'ion moléculaire.
2- Déterminer la formule moléculaire de la molécule étudiée (une analyse élémentaire partielle indique une composition de 70,56 % de C, 8,65 % d'H et 14,46 % d'O).
3- Calculer le nombre d'insaturations qu'elle contient.

B- Analyse des spectres

*(Attention, le spectre ^{1}H-RMN présente des signaux correspondant à des protons diastéréotopes. Pour simplifier, vous pouvez considérer que les signaux ***** correspondent à un quadruplet intégrant pour 2H et que les signaux ● correspondent à un doublet intégrant pour 2H)*

1- À l'aide de l'énoncé et de vos réponses précédentes, proposez la structure la plus probable du composé étudié (justifiez votre réponse).
2- Expliquer à quoi est due la diastéréotopie des signaux * et ●.

*C- Étude du composé **2b***

1- Si l'on chauffe le composé **2a** en présence de base, il subit une déshydratation. Donner la formule du composé **2b** obtenu.
2- En spectroscopie UV-visible **2a** absorbait vers 250 nm. Selon vous, quel(s) effet(s) aura cette déshydratation sur le spectre UV-visible. (justifier votre réponse)