

LC 6 : Détermination de la structure d'un composé organique

Element imposé : Fragmentation, Méthode d'accès à des composés énantiomériquement enrichis ???, Biomolécules ?, Méthode de Mosher, spectro

Niveau : L3

Biblio : - Identification spectrométrique de composés organiques, 2ème édition, Silverstein (p. 383 chap 8.2 : m-méthoxyphénol)

- Analyse chimique, Rouessac
- (Molécules chirales, Collet)
- SDBS, nmrdb

Pré-requis : - RMN, IR : principes et spectres (L2)

- Stéréochimie/stéréodescripteurs (L1)
- Groupements fonctionnels (L1)
- Formule brute (L1)
- Loi de Biot (L1)

Intro péda :

Intro :

I) Détermination d'une structure inconnue

(cf Silverstein chap 8, composé 8.2 = m-méthoxyphénol (ne le dire qu'à la fin))

A) Détermination de la formule brute

• *Spectro de masse*

→ Principe de la spectro de masse (appareillage, intro de l'échantillon, ionisation, accélération des ions, analyseur, détecteur, traitement du signal) (cf Rouessac chap 16 ; Silverstein chap 1)

→ Fragmentation et discrimination des ions selon le rapport m/z → graphe abondance en fonction de m/z

→ spectre de masse du composé inconnu : ion moléculaire, pas de massif isotopique (cf tableau abondances relatives des isotopes cf Silverstein p. 15) → pas de Cl ou Br

→ $m/z = 124$ → règle de l'azote → nombre paire d'azote donc on va supposer qu'il n'y en a pas

• *RMN*

→ Projeté spectre ^1H (avec intégration) et ^{13}C → 7 carbones ; un alcool ? (petit signal en ^1H à 4,75 ppm) ; un autre oxygène à coté d'un CH_3 → 2 O ; total intégration → 7H + H de l'alcool: 8H

→ On suppose formule brute : $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$ → masse molaire OK

Tr : On a pu deviner une fonction hydroxyle avec le spectre RMN, y a t-il d'autres groupements fonctionnels ?

B) Détermination des fonctions présentes

• *RMN*

→ Projeté tables RMN (^1H Rouessac p. 141-147 ; ^{13}C ?)

→ H aromatiques, ether, alcool

• *Spectre IR*

→ Projeté table ? (<http://lmspn.uqam.ca/fichiers/tablesir.pdf>)

→ Fonction alcool, cycle aromatique, éther (dans empreinte digitale) (+explication spectre phénol Rouessac p. 76)

→ Commencer à écrire au tableau les différents groupements fonctionnels présents

C) Détermination de la structure

→ Détermination du nombre d'insaturation → 4 ici

→ Finir la construction de la molécule avec le spectre RMN

→ Revenir sur spectro de masse (et les différents fragments? Cf Rouessac p. 270-287 et Silverstein p. 17-33)

Tr : On a trouver la structure de la molécule mais celle-ci ne présentait pas de stéréochimie particulière, or c'est important, quand une molécule est chirale par exemple de connaître sa stéréochimie

II) **Détermination de la stéréochimie d'une molécule**

A) Configuration des alcènes

→ Spectre IR et RMN du propan-ène (E) et (Z)

→ IR : info dans l'empreinte digitale mais compliquée à lire

→ RMN : couplage des alcène trans > alcènes cis (il faut bonne résolution mais plus facile à lire)

B) Cas d'un carbone asymétrique

• *Polarimétrie* :

→ Rappel principe et loi de Biot

→ ex : réduction du camphre (cf Drouin p.101) : faire calcul de ee et propotion en isobornéol)

(• *Ester de Mosher* cf Collet p. 222)

• RMN avec composé chirale

Ccl :

Ouv : autres méthodes : DRX ?, analyse élémentaire (cf Rouessac chap 18, Chimie analytique Skoog chap 16)

Rq : se poser la question de comment synthétiser la première molécule