

Leçon C. Formation d'un composé aromatique : sacde fluo

Biblio: Crüker p 287

Produits : anthracène • Zinc en poudre • NaOH • Cyclohexane
• Toluène
• Solution de sulfate de cuivre pentahydraté 5%
• HCl à 37% • H_2SO_4 0,5M
• Solution de sulfate de quinine dans H_2SO_4 à 0,5M

Protocole :

- Dans un ballon tricol de 50 mL, introduire 2g de Zinc
- Ajouter 0,2 mL de solution de $CuSO_4$ à 5% et 8 mL d'eau
- Ajouter, puis ajouter 1g d'anthracène et 2,50g d'hydroxyde de sodium préalablement broyé en fine poudre et dissous dans 20 mL d'eau
- Porter le mélange à reflux pendant 30 min
- Essorer à chaud puis laver à l'eau froide
- CCM ether diéthylique / cyclohexane 1:1 (anthracène commercial)
- Dissoudre le solide recueilli dans 10 mL d'HCl
- Porter le mélange à reflux jusqu'à ce que le dégagement gazeux cesse (pus de solide Zn)
- Laisser revenir à T amb puis sécher sur B_2O_3
- Laver à l'eau distillée froide
à l'éthanol 95% froid
- Essentiellement recristalliser dans du toluène

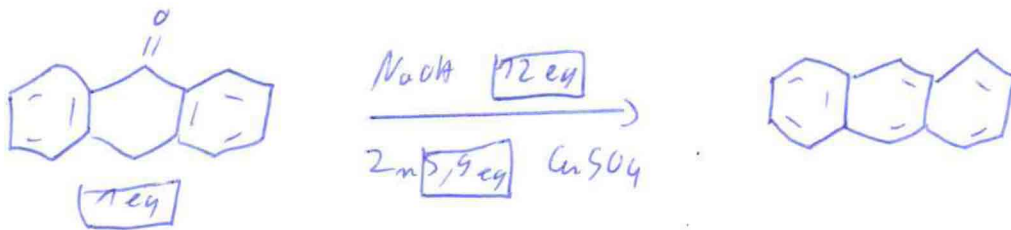
Caractéristiques : IR

Kafler $T_{fus} = 276^{\circ}C$
RMN

Rg : Caslens : jaune = anion anthracolate

rouge = espèce radicalaire formée à cause de Zn

Rg : Agent de $CaSO_4$ en quantité catalytique permet un chauffage de métal



UV et fluo

- Faire les spectres UV-vis de l'anthracène dans le cyclohexane et de sulfate de quinine dans H_2SO_4 0,5 M
- $\Delta A < 0,1$ \rightarrow éviter réabsorption
- Choisir une longueur d'excitation $\lambda \sim 370 nm$
- Réaliser spectre fluo entre 320 et 620 nm

\rightarrow ne cherche pas les pics

$$\Phi_F = \Phi_{Fref} \times \left(\frac{m}{m_{ref}}\right)^2 \times \frac{\int_0^{\infty} I_F d\lambda_F}{\int_0^{\infty} I_{Fref} d\lambda_F} \times \frac{1 - 10^{-A_{ref}(\lambda_F)}}{1 - 10^{-A(\lambda_F)}}$$

$m = 7,4466$

$m_{ref} = 7,336$

$\Phi_{ref} = 0,546$