

Manipulation 294 : Synthèse d'un composé fluorescent

Matériel et produits :

- 4-chloro-7-nitro-1,2,3-benzodiazole
- Acétonitrile
- 4-méthoxybenzylamine
- Dichlorométhane
- Silice
- Colonne
- Sable de fontainebleau
- Cuve en quartz pour fluorescence

Protocole :

Dans un ballon monocol de 25mL, ajouter :

- 60mg (0,30mmol) de 4-chloro-7-nitro-1,2,3-benzodiazole
- 2mL d'acétonitrile
- 40 μ L (0,30mmol) de 4-méthoxybenzylamine

Agiter le mélange à température ambiante.

Après 15min de réaction, faire une CCM (éluant CH₂Cl₂)

Si la réaction n'est pas terminée, attendre 25min supplémentaires et refaire une CCM

Quand la réaction est terminée, évaporer l'acétonitrile à l'évaporateur rotatif

Préparer la colonne sur gel de silice et éluer la moitié du produit (éluant CH₂Cl₂), mettre l'autre moitié de côté pour la présentation. (noter la masse introduite et la masse restante)

Caractérisation :

RMN, IR et T_{fus} (théorique = 178°C)

Spectres UV-visible dans l'acétonitrile (cuve en quartz) de :

- NBD-Cl
- Produit synthétisé purifié
- Sulfate de Quinine

Mesurer la fluorescence dans l'acétonitrile (cuve en quartz) de :

- NBD-Cl
- produit synthétisé purifié
- Sulfate de Quinine

$\lambda_{exc} = 330 \text{ nm}$

gamme d'émission : [335-800] nm

largeur fente d'excitation : 2

largeur fente d'émission : 2

vitesse de balayage : médium

Pour les 2 derniers produits :

Par dilutions successives dans la cuvette, mesurer l'absorbance ainsi que la valeur de l'aire sous la courbe à la longueur d'excitation de 330 nm (plage d'absorbance de 0,015 à 0,12)

Relever les valeurs dans un tableur

$$A = \Phi \text{ DO}/n^2$$

On trace $A = f(\text{DO})$ pour les deux produits et faire le rapport des pentes