

F07_Analyses IR - CPG

Les produits que vous amenez en laboratoire d'analyses doivent être transportés dans des contenants fermés !

A- Faire une analyse par spectroscopie Infra-Rouge (IR)

1°) Réaliser et tracer le spectre

→ Pour un liquide

- Vérifier que le support à pastille est installé sur le spectrophotomètre.
- Sortir les pastilles de NaCl de l'étuve. **Elles sont chaudes et très fragiles [Toujours prendre les pastilles par les cotés et ne pas toucher aux faces].**
- Vérifier qu'elles sont propres, sinon les nettoyer avec un coton imbibé de dichlorométhane (ne jamais les mettre en contact d'eau).
- Réaliser le blanc :
 - Placer les deux pastilles de NaCl sans produit, l'une contre l'autre sur le portoir de l'appareil.
 - Cliquer sur ColSmp, taper un titre (facultatif), et valider en cliquant sur OK. Cliquer de nouveau sur OK pour lancer le background.
 - Récupérer les deux pastilles
- Réaliser le spectre IR du produit liquide (sec !)
 - Mettre un embout stérile, sans le toucher avec les mains sur la micropipette. Prélever une goutte de votre liquide et déposer la sur une des deux pastilles de NaCl. La recouvrir de l'autre pastille sans créer de bulle d'air. Placer les pastilles sur le portoir de l'appareil.
 - Cliquer sur OK pour lancer l'acquisition.
 - Lorsque l'acquisition est finie¹, répondre OUI à l'« Ajout de la fenêtre 1 ? ». Cliquer sur FindPks. Et déplacer la barre de valeurs de pics en cliquant sur le spectre au niveau désiré. Cliquer sur Remplacer à droite de l'écran. Cliquer sur Imprimer pour imprimer votre spectre. Une fois le spectre imprimé, cliquer sur Effacer.
 - Récupérer les pastilles et les nettoyer avec un coton imbibé de dichlorométhane.

→ Pour un solide

- Vérifier la propreté de la lentille de germanium, sinon la nettoyer avec un coton imbibé d'éthanol.
- Réaliser le blanc :
 - En laissant l'appareil vide, cliquer sur ColSmp. Taper un titre (facultatif) et valider en cliquant sur OK. Cliquer de nouveau sur OK pour lancer le background.
- Réaliser le spectre IR du produit solide (sec !) :
 - Déposer une pointe de spatule de votre produit sur la lentille de germanium sans toucher la lentille avec la spatule.
 - Rabaisser le piston en poussant le loquet vers l'arrière, puis visser jusqu'à écraser le solide et entendre un « clic ».
 - Cliquer sur OK pour lancer l'acquisition.
 - Lorsque l'acquisition est finie, répondre OUI à l'« Ajout de la fenêtre 1 ? ». Cliquer sur FindPks. Et déplacer la barre de valeurs de pics en cliquant sur le spectre au niveau désiré. Cliquer sur Remplacer à droite de l'écran. Cliquer sur Imprimer pour imprimer votre spectre. Une fois le spectre imprimé, cliquer sur Effacer.
 - Nettoyer la lentille et le piston avec un coton imbibé d'éthanol.

2°) Interprétation du spectre

- Ecrire votre nom (ou numéro de poste) ainsi qu'un titre à votre spectre (« Spectre IR de l'acide benzoïque recristallisé »)
- Dessiner la formule topologique de la molécule dont vous avez tracé le spectre.
- Repérer les bandes caractéristiques (ν_{OH} , ν_{NH} , $\nu_{C=O}$, $\delta_{NH\dots}$)

¹ Si le spectre est saturé, récupérer les pastilles, essuyer l'une des deux faces, assembler les pastilles et reprendre immédiatement le spectre

- Sur votre CR :

- Réaliser un tableau pour présenter les principales bandes qui caractérisent votre produit :

Liaison	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Nature	Intensité
O-H	3325	Elongation	Forte et large
...			

- Conclure sur la nature du produit en répondant aux questions suivantes :

« Est-ce que ces bandes repérées permettent d'affirmer que vous avez bien synthétisé le produit désiré ? » → Justifier en citant les bandes qui permettent de l'affirmer.

« Est-ce que le produit contient des impuretés que vous pouvez repérer par des bandes particulières ? Comme par exemple l'eau, l'éthanol, un solvant, le ou les réactifs, un produit secondaire... »

B- Faire une analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Il est important de vérifier que le produit que vous souhaitez analyser en CPG soit un liquide homogène et translucide (pas de particules en suspension ni de traces d'eau). Venir avec le liquide dans un contenant fermé (erlenmeyer avec un bouchon ou pilulier)

1°) Injecter et tracer le chromatogramme

- A l'aide du chromatogramme de référence, repérer les conditions d'injection (nature de la colonne, temps d'analyse, ordre de sortie des produits, température ou rampe de température ...)
- Sur le logiciel, cliquer sur l'un des deux tableaux (Front ou Back) suivant l'injecteur utilisé (Polaire ou apolaire).
- La fenêtre qui s'ouvre permet de nommer le chromatogramme de l'échantillon à analyser. Le nom se met dans Filename Signal 1 (ou Signal 2)
- Valider en cliquant sur Run Method. Le logiciel est prêt et en attente de l'injection. Appuyer sur le bouton Prep Run se trouvant sur la CPG.
- Rincer 10 fois la seringue avec le liquide à injecter, à chaque rinçage, essuyer la seringue délicatement sur du papier Joseph.
- Attendre que Not Ready s'éteigne ; injecter ET appuyer sur Start très rapidement mais sans abimer l'aiguille de la seringue !
- Une fois que tous les produits sont sortis, appuyer sur STOP sur le logiciel pour arrêter l'analyse.
- Une fois l'acquisition terminée, un rapport s'affiche automatiquement. Cliquer sur Print en bas du rapport pour imprimer le chromatogramme.
- Fermer la fenêtre du rapport.
- Rincer la seringue.

2°) Interprétation du chromatogramme

- Ecrire votre nom (ou numéro de poste) ainsi qu'un titre à votre chromatogramme (« *Chromatogramme en phase gazeuse de la butanone purifiée, méthode des aires* »).
- Surligner la nature de la colonne, préciser la masse s'il s'agit d'une quantité précise injectée (cas de la méthode de l'étalon interne)
- En les nommant, repérer sur le chromatogramme les espèces chimiques présentes dans votre mélange injecté. Aidez-vous en comparant les temps de rétention des espèces chimiques de référence injectées sur le chromatogramme de référence.
- Sur votre CR conclure sur la nature et la pureté du produit en répondant aux questions suivantes :

« Est-ce que le produit synthétisé contient bien l'espèce chimique attendue ? » → Justifier en comparant les temps de rétention avec ceux du chromatogramme de référence.

« Est-ce que le produit contient des impuretés ? » → Les nommer, justifier en comparant les temps de rétention avec ceux du chromatogramme de référence.

« Quelle est la pureté du produit synthétisé ? » → En fonction de la méthode demandée, calculer le pourcentage massique (ou pureté). Présenter vos calculs. (Méthode des aires, Méthode de la normalisation interne, Méthode de l'étalon interne ou méthode de l'étalon externe).