**Université Larbi Ben M’Hidi d’O.E.B.**

**Méthodes Physico-Chimiques d’Analyse**

**3ème A. Chimie Fondamentale/SM**

**TP1 : Caractérisation par Spectroscopie**

**Infrarouge**

**1. Objectifs :**

L’objectif de ce travail pratique est d’apprendre à réaliser et interpréter un spectre infrarouge pour des échantillons solides et liquides.

**2. Spectrométrie IR :**

**-Principe**

L’énergie du rayonnement IR est suffisante pour produire des changements dans l’énergie de vibration des molécules, mais elle ne peut provoquer des transitions électroniques.

Le domaine de l’infrarouge correspond à des longueurs d’onde comprises entre 0,78.10-6 m et 10-3 m, que l’on peut diviser en trois régions IR proche, moyen et lointain.

La spectrométrie infrarouge est la mesure de la diminution de l’intensité du rayonnement qui traverse un échantillon en fonction de la longueur d’onde. Le rayonnement infrarouge dispense suffisamment d’énergie pour stimuler les vibrations moléculaires à des niveaux d’énergie supérieurs. La spectrométrie infrarouge s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule en mettant en évidence la présence de liaisons entre les atomes (fonctions et groupements). La majorité des applications se situe entre 2,5 et 15 μm soit en nombre d'ondes de 4000 cm-1 à 625 cm-1 (IR moyen).

Un spectre infrarouge est présenté en transmission (fraction de l'intensité transmise par rapport à l'intensité incidente) exprimée en pourcentage et l'axe des abscisses en fonction du nombre d'onde (inverse de la longueur d'onde), sur un axe dirigé vers la gauche.

**-Modes de vibrations moléculaires**

L'absorption du rayonnement IR par les composés organiques correspond à deux types principaux de vibrations.

 **a. vibrations de valence ou d'élongation :** sont représentés par « ν ». Ces vibrations se situent dans la région du spectre allant de 4000 à 1000 cm-1.

 **b. vibration de déformation angulaire :** Une vibration de déformation est un mouvement des atomes en dehors de l’axe de la liaison. Lors de ce mouvement, la distance interatomique reste constante. Elles peuvent se réaliser dans le plan ou perpendiculairement au plan. Les vibrations de déformation sont représentées par « δ ».

Les vibrations de déformations sont d’intensité plus faible que celle des vibrations de valence. Elles sont nombreuses et beaucoup plus sensibles à l'environnement car elles ont besoin pour se produire d'un volume plus important et risquent donc d'être entravées par la présence d'atomes voisins. Ces vibrations constituent la région du spectre dite «empreinte digitale» (1000 à600 cm-1). Elles sont souvent difficiles à attribuer.

**3. Matériel :**

4-Hydroxybenzoate de méthyle C8H8O3 (solide), benzaldéhyde C6H5 -CHO(liquide), bromure de potassium KBr, pastilles de NaCl.

Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier, balance, mortier, presse, pompe.

**4. Préparation des échantillons :**

 **a. Echantillon solide : technique de pastillage dans KBr.**

Les halogénures des métaux alcalins ont la propriété de former un verre transparent sous haute pression (7000-10000 bar). KBr est utilisé le plus couramment parce qu’il est transparent jusqu’à 400cm-1.

Dans un mortier en agate, on broie finement 100mg de KBr très sec avec 0,5 à 1,5 % en masse d’échantillon. La presse est assemblée : le cylindre est placé sur son socle et une pastille est introduite avec la face polie vers le haut. On ajoute la poudre que l’on étale d’une manière homogène. La deuxième pastille est posée sur la poudre avec la face polie vers le bas. Il est impératif de placer la poudre entre les deux faces polies.

La pompe à vide est branchée et l’ensemble est mis sous une pression réduite à l’aide d’une pompe. La formation du verre de KBr prend 2 à 5 minutes, au bout de ce temps ; une fine pastille est obtenue puis placée dans un support adapté au spectre infrarouge. Le spectre est enregistré en suivant les instructions sur l’appareil, il est enfin imprimé sur une table traçante.

 **b. Echantillon liquide :** **film entre pastilles de NaCl.**

Pour le liquide, on utilisera une cellule formée de deux disques (transparents à la lumière infrarouge) de chlorure de sodium monocristallin comprimés. Une goutte de l’échantillon anhydre est déposé sur l’un des disques et recouvert par le deuxième. Ces disques sont ensuite fixés sur un portoir pour subir l’analyse IR.

**5. Exploitation des résultats :**

**a.** Quel est le principe de fonctionnent des spectromètres à onde continue et à transformée de Fourier ?

**b.** Interpréter les spectres infrarouges obtenus.

### 6. Application

Attribuer ­à chaque spectre le composé qui lui correspond.





