

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ D'OU-M-EL-BOUAGHI DÉPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIÈRE

## Corrigé type du Contrôle : Instrumentations de spectrométrie et d'imagerie II "SAE13"

Spécialité : Chimie Analytique "Master II"

### I-(05 pts)

Voir cours

### II (03.25 pts)

La chromatographie est une technique d'analyse pour **séparer 0,25** les constituants d'un mélange ;

- les molécules à séparer sont entraînées par un **fluide 0,25** qui peut être un **liquide 0,25** ou un **gaz 0,25** et que l'on appelle la **phase mobile 0,25**;
- elles interagissent ou au contraire n'interagissent pas avec un **support 0,25** ou **matrice** qui est **fixe 0,25** (un solide ou un liquide fixé) que l'on appelle la **phase stationnaire 0,25**; il y a donc une **distribution 0,25** ou **partition 0,25** des composants entre ces deux types de phase ;
- le flux du fluide vecteur étant **continu 0,25**, c'est la **rétenion 0,25** plus ou moins longue des différentes molécules sur le support fixe, qui va les séparer les unes des autres.

### III

a - Quel est le rôle de la source dans un spectromètre de masse ?

Le rôle de la source est de produire les ions ou les ions radicaux : les molécules subissent l'impact d'un faisceau électronique accéléré sous une grande ddp (e- de très grande énergie), il y a alors formation des ions moléculaires. Ensuite, ces ions se fragmentent et les ions fragments obtenus seront acheminés vers l'analyseur. **(01,75 pts)**

b- Indiquer deux règles de fragmentation des molécules en spectrométrie de masse.

Choisir 2 réponses parmi 3 :

Les facteurs influençant le processus de fragmentation sont les suivants

- Les liaisons faibles se coupent plus facilement.
- Les fragments stables ont tendance à se former plus facilement.
- Les fragmentations avec réarrangement sont favorisées si la molécule possède un état transitoire à 6 centres (Ex. : Réarrangement de McLafferty). **(02 pts)**

**IV(08pts)**

1- Analyser ces spectres. Déterminer la structure du composé étudié.

**C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O** : I = 5 **0,5**

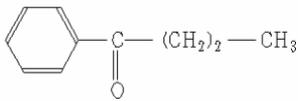
\* 5H aromatiques montrent qu'on a un benzène monosubstitué. **0,5** Les signaux correspondant sont sous forme de massifs ce qui laisse penser que le groupement substituant peut donner lieu à une délocalisation des liaisons  $\pi$ . **0,5**

\* On a aussi un radical -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub> **0,25**

\* C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ....- C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> **0,25**

\* Il reste C=O

Structure



**1**

2- Donner les mécanismes de fragmentation des pics à  $m/z = 77$ , 105 et 120.

Pic moléculaire :  $m/z = 148$  **0,5**

Pic de base :  $m/z = 105$  **0,5**

**Fragmentations :**

148-120 = 28 : perte de C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> (éthylène) selon un réarrangement de Mc Lafferty car pour la molécule proposée, il y a un H en  $\gamma$  d'une insaturation. **0,25**

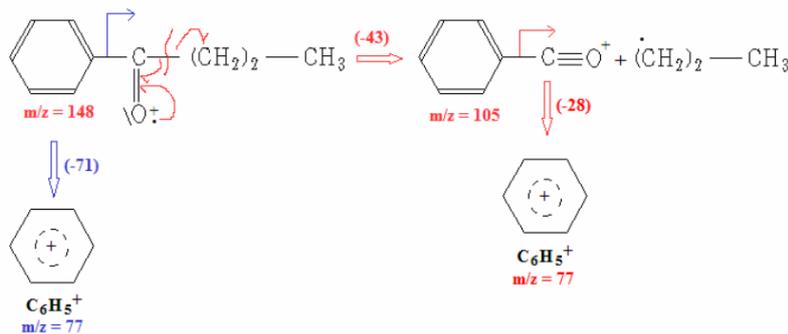
148-105 = 43 : perte du groupement C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> selon un clivage en  $\alpha$  de C=O

77 ; 51 ; 39 : C<sub>6</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup> ; C<sub>4</sub>H<sub>3</sub><sup>+</sup> ; C<sub>3</sub>H<sub>3</sub><sup>+</sup> : confirment le noyau benzénique monosubstitué. **0,25**

*Ces fragmentations sont compatibles avec la structure proposée.*

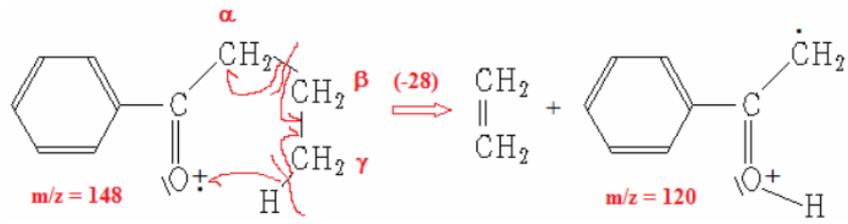
**Mécanismes de fragmentation :**

*Clivage en  $\alpha$  de C=O :*



**1,75**

*Réarrangement de Mc Lafferty :*



1,75