

Chimie Analytique et Structurale
Durée : 1 h 00 – (Documents non autorisés)

Exercice n°1 :

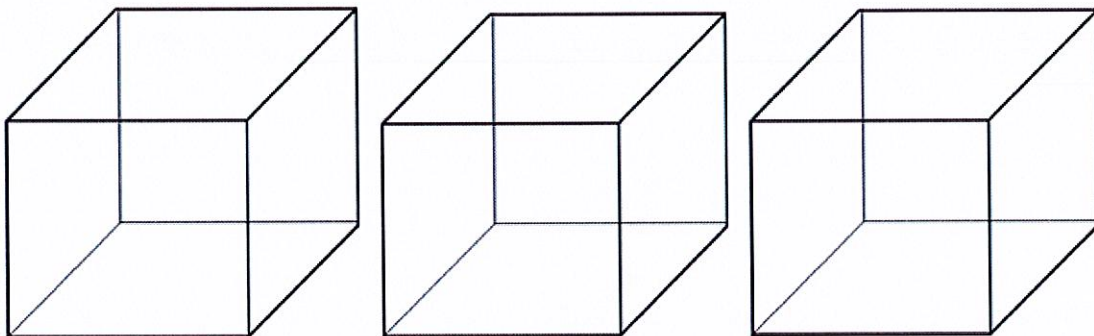
1.) Les valeurs des huit premières distances réticulaires déterminées sur le diagramme de diffraction des rayons X relatif au tantale (Ta) de structure cubique sont reportées dans le tableau ci-dessous. Déterminer le réseau cristallin du tantale, son paramètre cristallin ainsi que sa masse volumique ($M_{Ta}=181\text{g/mol}$).

Tantale

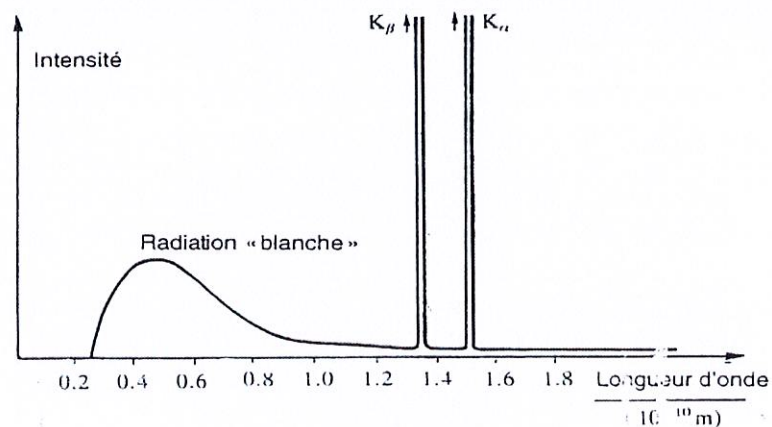


	Distance Å	Plans (hkl)
d1	2,348	
d2	1,66	
d3	1,355	
d4	1,174	
d5	1,05	
d6	0,958	
d7	0,887	
d8	0,83	

2.) Représenter la direction $[211]$ ainsi que les deux premiers plans qui diffractent et calculer leur densité surfacique.

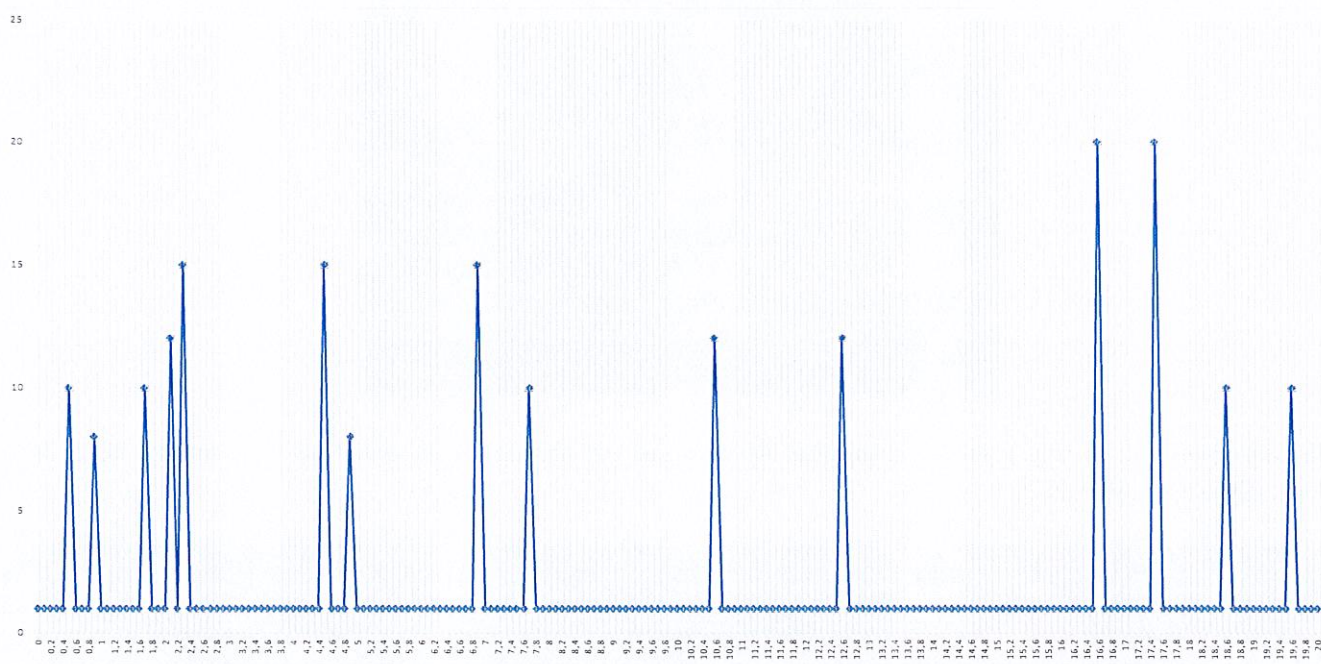


3.) La figure ci-dessous correspond au spectre émis par un tube à rayons X. Expliquer ce spectre.



4.) Rappeler par un schéma le principe de la fluorescence X.

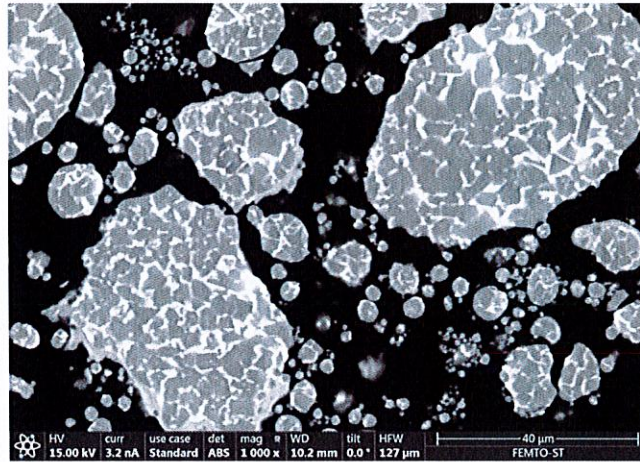
5.) Le spectre représenté sur la figure ci-dessous correspond à l'analyse d'un composé inconnu par fluorescence X. Il s'agit de déterminer, à l'aide des données du tableau 1, les différents éléments présents en indiquant leurs transitions associées ($K\alpha$, $K\beta$, ...).



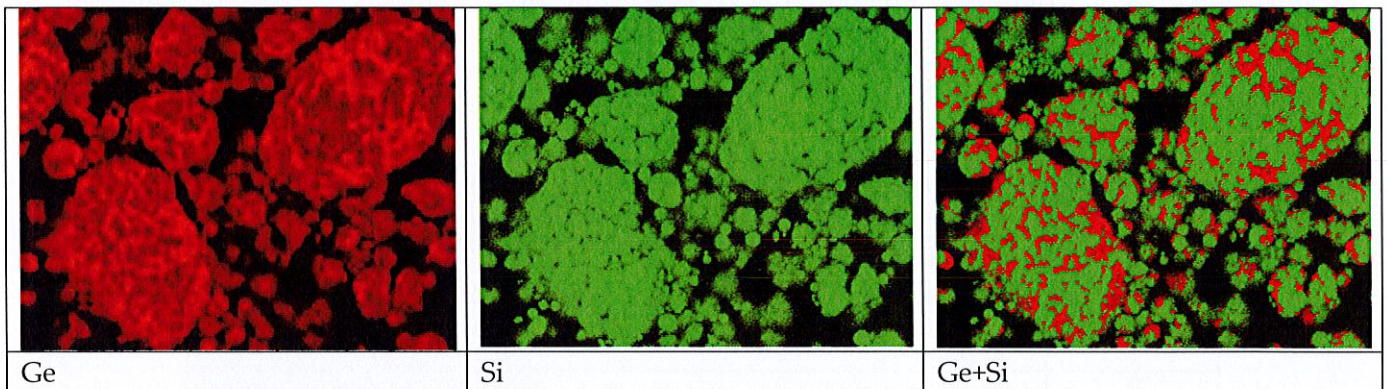
Eléments	$K\alpha$ (Kev)	$K\beta$ (Kev)	$L\alpha$ (Kev)	$L\beta$ (Kev)	$M\alpha$ (Kev)
C	0,28				
O	0,53				
Mg	1,25				
Al	1,5				
Si	1,7				
Ca	3,7				
Ti	4,5	4,9			
V	4,95	5,5	0,5		
Cr	5,4	6,0	0,6		
Mn	5,9	6,5	0,65		
Fe	6,4	7,1	0,7		
Co	6,9	7,7	0,8		
Ni	7,5	8,3	0,9		
Cu	8,0	8,9	1,0		
Zn	8,7	9,6	1,0		
Y	14,9	16,7	2,0		
Zr	15,8	17,7	2,05		
Nb	16,6	18,6	2,15		
Mo	17,5	19,6	2,3		
Ag	22,2	24,9	3,0	3,2	
Sn	25,2	28,5	3,4	3,7	
Ba	32,2	36,4	4,5	4,8	
La	33,4	37,8	4,65	5,05	
Hf	55,8	63,25	7,9	9,0	1,65
Ta	57,55	65,2	8,15	9,35	1,7
W	59,3	67,25	8,4	9,7	1,8
Pt	66,8	75,75	9,5	11,05	2,05
Au	68,8	78,00	9,7	11,45	2,15
Pb	74,95	84,9	10,6	12,6	2,3

Tableau 1 : Transitions $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$, $L\beta$ et $M\alpha$ de quelques éléments

6.) La photographie présentée ci-dessous a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Rappeler son principe. Quel est le mode qui a été utilisé pour obtenir une telle photographie ? Doit-on prendre des précautions particulières ? Commenter alors cette photographie.



7.) En complément, si une analyse chimique élémentaire est menée, nous obtenons les images décrites ci-dessous. Que constatez-vous ?

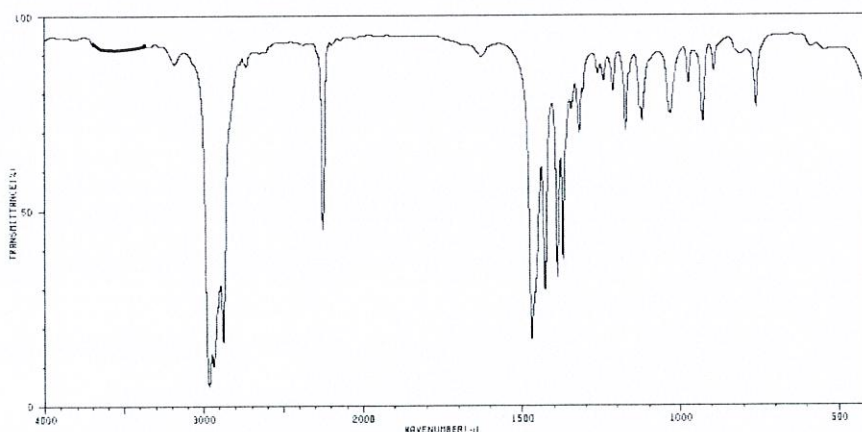
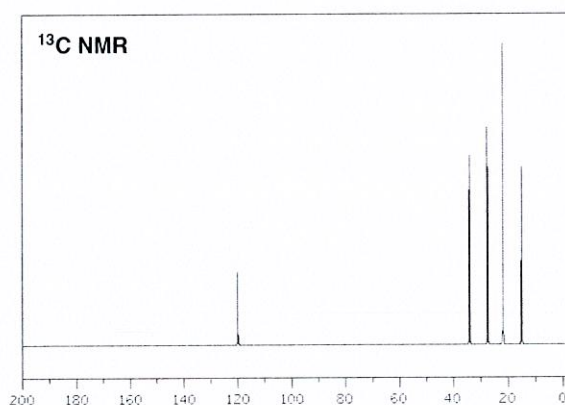
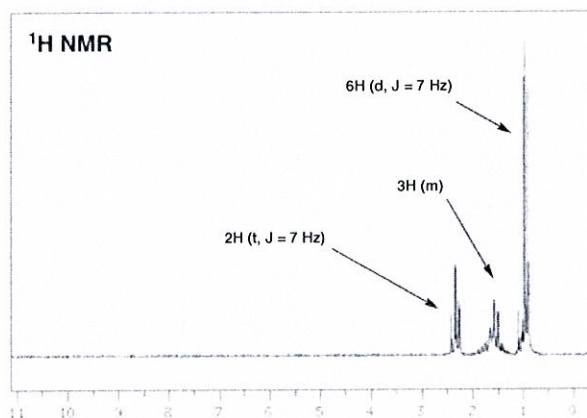


EPREUVE
Chimie Analytique et Structurale (durée : 1h)

Problème 1

Les spectres de RMN ^1H , ^{13}C , et infra-rouge d'un composé **A** de formule brute $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{N}$ sont donnés ci-dessous.

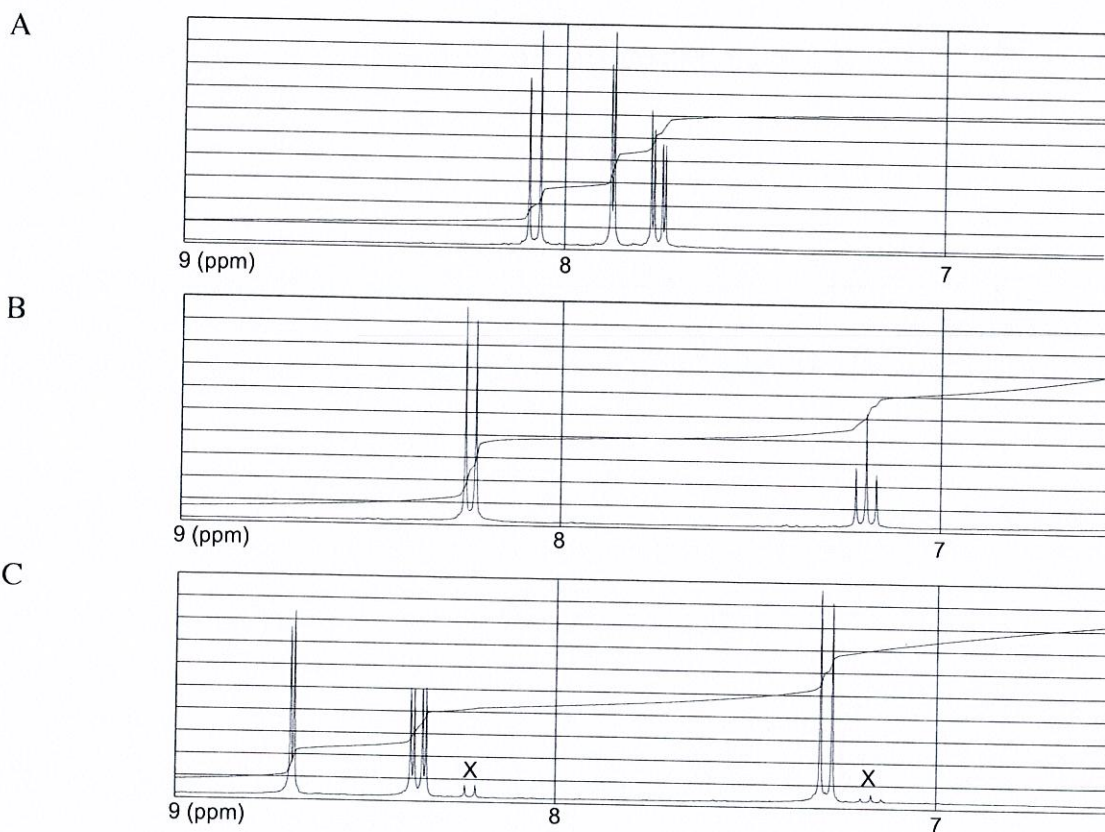
Sur le spectre de RMN ^1H , le multiplet entre $\delta = 1$ ppm et $\delta = 2$ ppm est la superposition de deux signaux.



- 1) Déterminer la formule de **A** en justifiant votre réponse par une analyse des spectres.
- 2) D'après la structure de **A**, attribuer les signaux du spectre RMN ^1H aux différents noyaux ^1H de **A** (préciser en particulier la multiplicité attendue des signaux situés entre $\delta = 1,2$ ppm et $\delta = 2$ ppm, intégrant au total pour 3H)

Problème 2

Les spectres de RMN ^1H (300 MHz) de 3 des 6 isomères du dinitrophénol sont donnés ci-dessous (A, B, C).



Donner les formules des 6 isomères et attribuer chacun des spectres à 3 de ces isomères. La réponse devra être justifiée en attribuant les signaux des spectres aux différents noyaux d'hydrogène de la molécule, en vous aidant des déplacements chimiques et des constantes de couplage.

Problème 3

Les affirmations suivantes sont-elles vraies ou fausses (justifier) :

1. L'impact électronique est une méthode d'ionisation dure qui conduit à la fragmentation de la molécule.
2. La technique "electrospray" est une méthode d'ionisation particulièrement adaptée au couplage avec la chromatographie en phase gazeuse.
3. Il est impossible d'analyser des liquides en spectroscopie infra-rouge.
4. Plus les atomes sont lourds, plus la fréquence de vibration d'élongation de la liaison est élevée.
5. La conjugaison dans les molécules organiques a pour effet de diminuer la fréquence d'absorption.
6. Il est préférable d'utiliser l'acétone que le méthanol pour enregistrer un spectre dans l'ultra-violet.