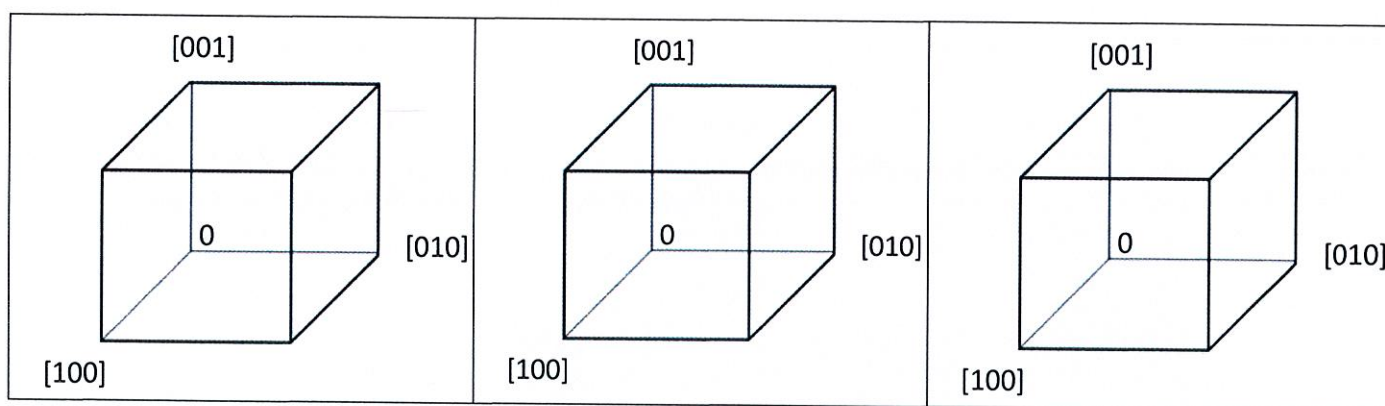


3.) En complément de l'analyse chimique élémentaire, une analyse des phases par diffraction des rayons X a été menée sur ce matériau. Trois phases ont été identifiées :

- ☐ Une phase notée A de réseau orthorhombique centré, rappeler la définition d'une structure cristalline orthorhombique ainsi que les réseaux susceptibles d'être présents.
- ☐ Une phase B de réseau cubique à faces centrées avec une masse volumique de $10,68 \text{ g/cm}^3$ et une masse molaire de $210,5 \text{ g/mol}$ ($N_A = 6,0210^{23} \text{ mol}^{-1}$). Déterminer son paramètre de maille puis retrouver dans le tableau ci-dessous les 5 premières raies associées à cette phase.
- ☐ Une phase C de structure cubique. A partir des enregistrements rassemblés dans le tableau ci-dessous, déterminer le réseau de la phase C, calculer son paramètre de maille et sa masse volumique ($M_c = 92,90 \text{ g/mol}$).

Distances en Å	Phases (A, B ou C)	Plans
2,932		
2,539		
2,334		
2,21	A	
1,795		
1,76	A	
1,65		
1,5325		
1,466		
1,347		
1,244	A	
1,166		
1,043		
0,998	A	
0,9525		
0,882		

4.) Après avoir déterminé le réseau de la phase C, représenter cette maille ainsi que les plans (211) et (202). Calculer la densité surfacique du plan (011).

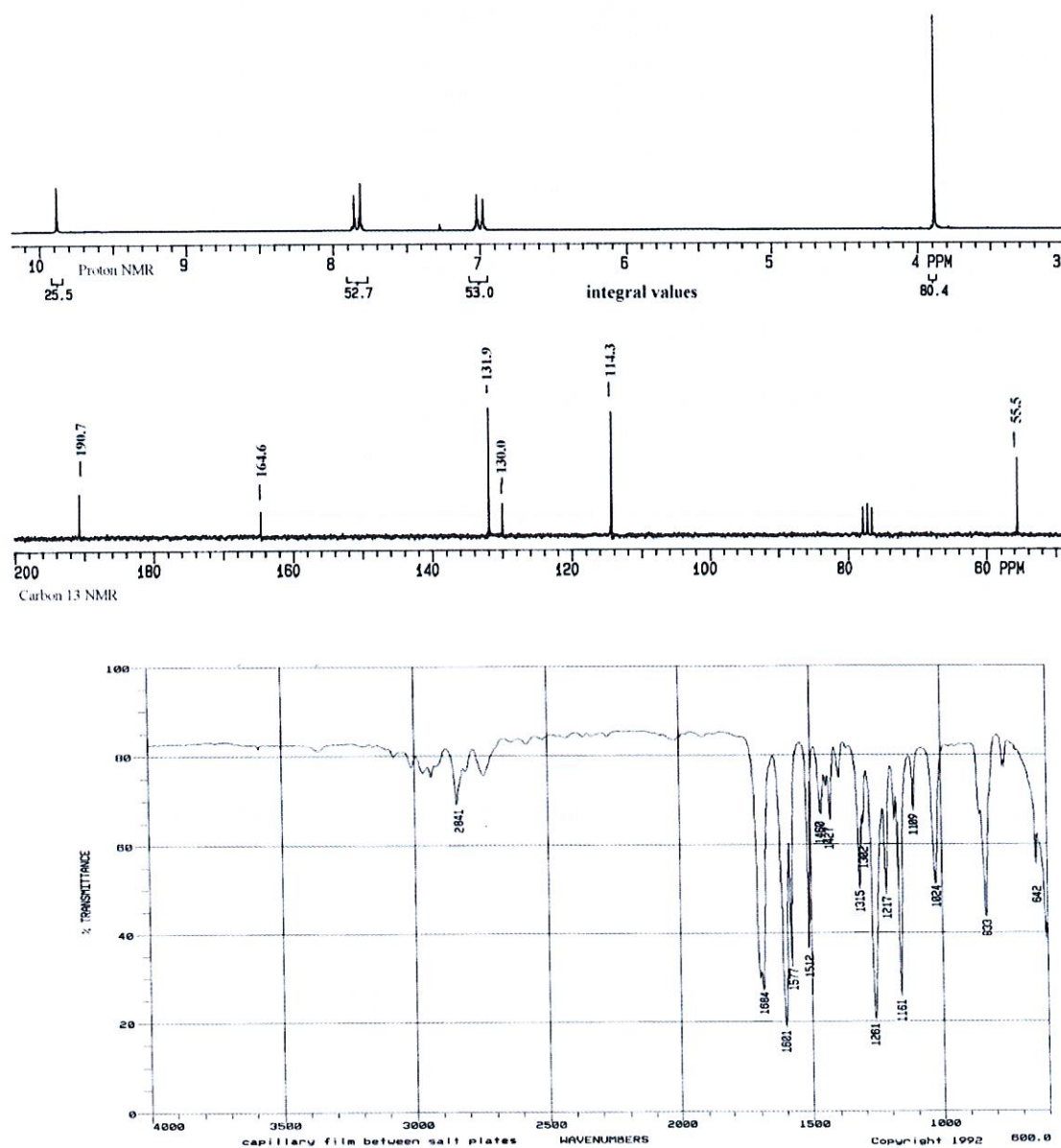


5.) Enfin, rappeler les causes qui conduisent à un élargissement d'une raie de diffraction des rayons X ?

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 $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ sont donnés ci-dessous.



En vous basant sur l'analyse de ces spectres, déterminer la formule de A et attribuer les signaux des spectres RMN ^1H et ^{13}C aux différents noyaux de A.

Problème 2

Le spectre de RMN ^1H (enregistré à 250 MHz dans CDCl_3) d'un composé **B** de formule brute $\text{C}_8\text{H}_7\text{NO}_3$ est représenté sur la Figure 2.

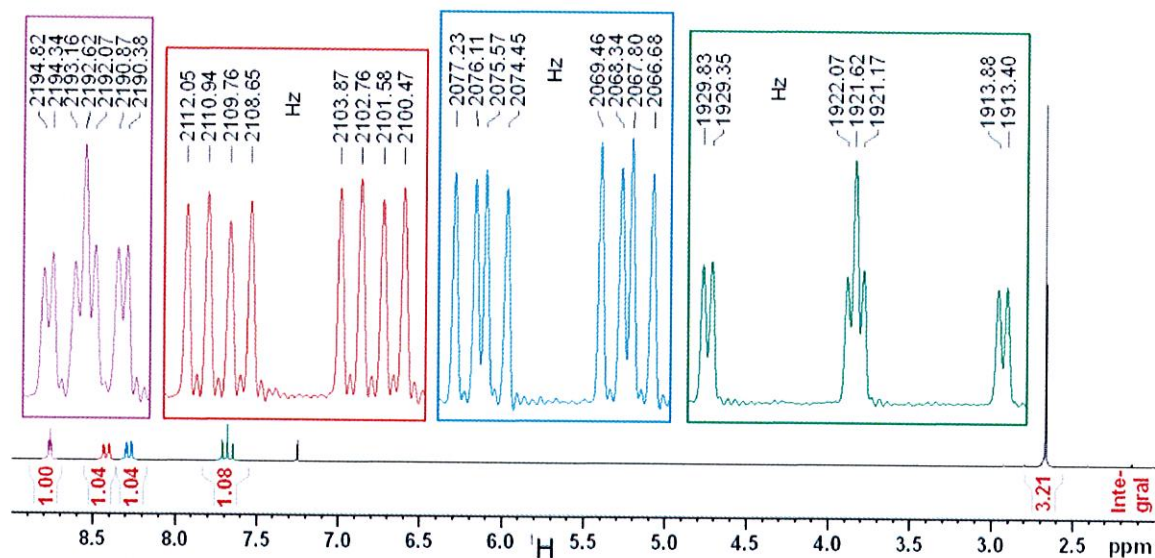


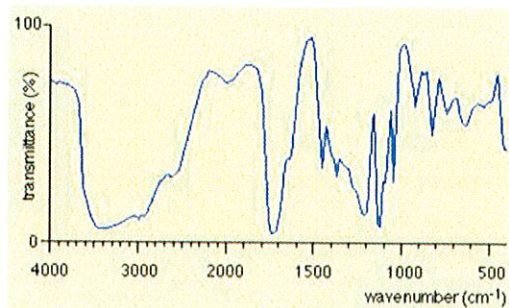
Figure 2 : Spectre RMN ^1H (250 MHz, CDCl_3) du composé **B**.

- 1) Proposer une structure pour le composé **B**.
- 2) Attribuer les différents signaux du spectre RMN ^1H aux différents noyaux ^1H du composé **B**. Présenter les résultats de manière claire sous forme d'un tableau faisant apparaître tous les paramètres (déplacements chimiques, intégration, constantes de couplage). Vous pourrez notamment vous aider pour l'attribution de la table RMN 4.

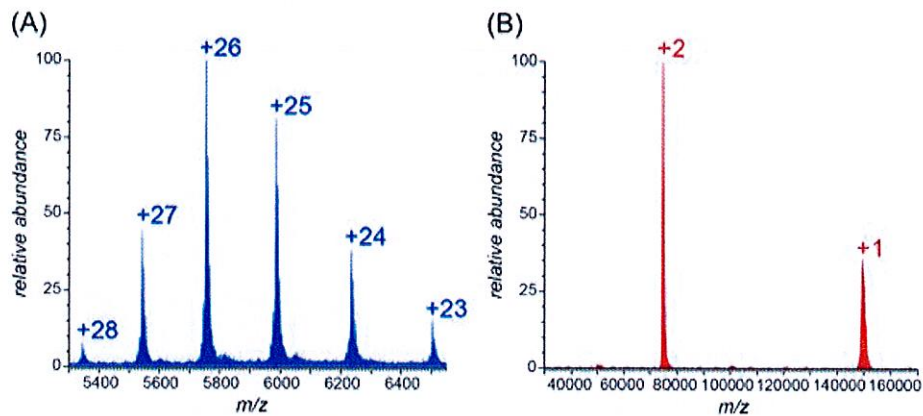
Problème 3

Répondre aux questions suivantes **en justifiant brièvement**.

- 1) Le spectre infra-rouge ci-dessous correspond-il : i) à un ester, ii) un acide carboxylique ?



- 2) Lesquelles de ces affirmations au sujet de la chromatographie en phase gazeuse est vraie ? fausse ?
- a) La résolution du chromatogramme peut être améliorée en augmentant la longueur de la colonne.
 - b) Contrairement à la chromatographie en phase liquide, la qualité de l'analyse ne dépend pas de la vitesse de la phase mobile.
 - c) L'utilisation d'une colonne capillaire améliore très significativement l'efficacité de l'analyse.
 - a) Le coefficient de diffusion longitudinale dans l'équation de Van Deemter est plus grand en chromatographie en phase gazeuse qu'en chromatographie en phase liquide.
- 3) Deux modes d'ionisation ont été utilisés pour enregistrer le spectre de masse d'un anticorps monoclonal : Electrospray (ESI) ou MALDI.



- a) Que signifie le terme MALDI ?
- b) Lequel des spectres (A) ou (B) correspond au mode d'ionisation i) ESI, ii) MALDI ?
- c) Quel est (environ) le poids moléculaire (en Da) de l'anticorps ?
- d) Aurait-on pu utiliser l'impact électronique comme mode d'ionisation pour analyser cette molécule ?