UNIVERSITE BADJI-MOKHTAR ANNABA
Faculté des Sciences, Département de Chimie

Méthodes d'analyse des corps organiques (UEM2)

Master 1 Chimie Organique

PROGRAMME

1ère partie: Méthodes de séparation et de purification des corps organiques

Généralités ; (Mélanges homogènes, hétérogènes) toutes les techniques (décantation, filtration, dissolution, extraction, recristallisation, distillation, distillation fractionnée entraînement à la vapeur, sublimation, centrifugation, relargage.

2ème partie : Analyse élémentaire et fonctionnelle

Constantes physiques des corps organiques ; Analyse élémentaire ; Analyse chimique fonctionnelle ; polarimétrie

Crédits : 5
Coefficients : 3
Mode d'évaluation: 25% TP + 25% TD + 50% EXAMEN

Enseignante: Dr BOUGHELOUM

Partie 2: Analyse élémentaire et fonctionnelle

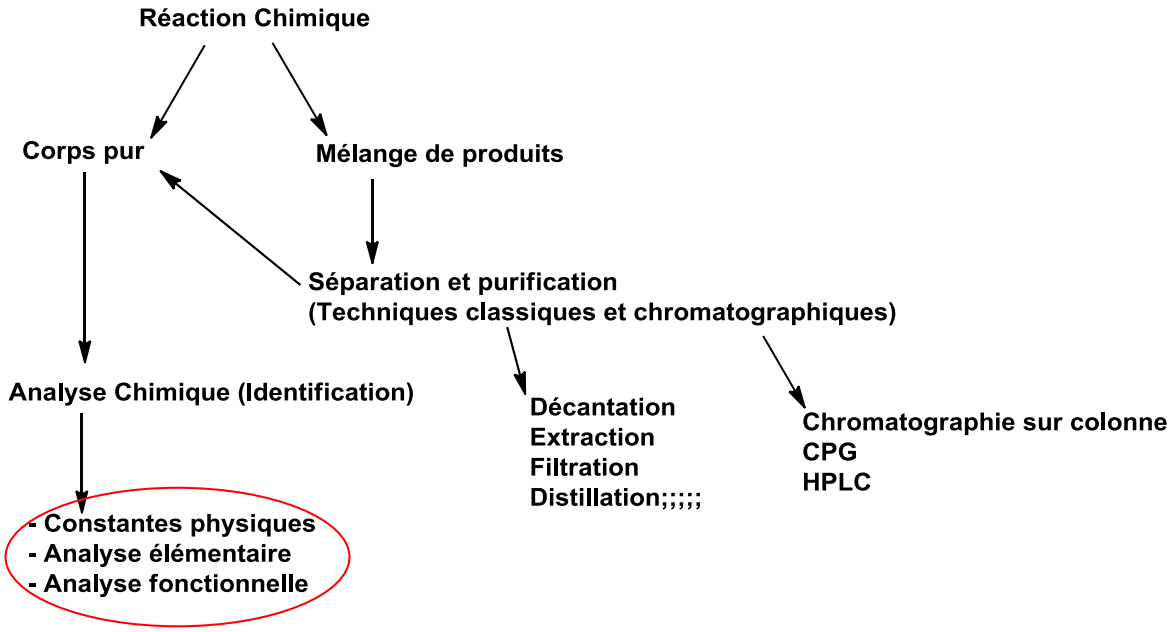
Constantes physiques des corps organiques ; Analyse élémentaire ; Analyse chimique fonctionnelle; polarimétrie.

Introduction

Lors de la préparation des molécules organiques par le biais d'une réaction chimique entre les réactifs, on obtient souvent un mélange de produit.

Il est alors nécessaire de mettre en œuvre des techniques permettant de **séparer** et **purifier** le produit désiré du mélange réactionnel.

Il faut ensuite s'assurer que le produit final est bien le produit recherché. Il faudra donc connaître **les méthodes** permettant **d'identifier** le produit (voir organigramme ci-dessous).



Le corps pur peut etre identifié par plusieurs méthodes;

1- Constantes physiques

Les constantes physiques sont liées à la structure, à la forme des molécules et aux intéractions intermoléculaires. Elles sont propres à chaque composé et donc permettent l'identification de ce dernier.

Parmi ces constantes physiques, on peut citer:

- Température d'ébullition
- Température de fusion
- Masse volumique ρ d'un corps:

Masse volumique ρ d'un corps

$$\rho = \frac{m}{V}$$

ρ en $kg.m^{-3}$

m (en kg) : masse du corps
V (en m^3) : volume occupé par le corps

- Densité:
  - Pour un liquide: c'est le rapport entre la masse d'un volume V et la masse du même volume d'eau.

Densité d_X d'un corps X liquide ou solide :

$$d_X = \frac{\rho_X}{\rho_{eau}}$$

ρ_X (en $kg.m^{-3}$) : masse volumique de X
ρ_{eau} (en $kg.m^{-3}$) = 1000 (à 20°C)

  - Pour un gaz: c'est le rapport entre la masse d'un volume V et la masse du même volume d'air. (ρ_{air} = 1.204 à 20°C)

- Indice de réfraction.
- Solubilité ;;;;;;;;

Exemple:

Corps pur	⟷	Constantes physiques
Eau		Température de fusion : 0°C Température d'ébullition : 100°C Masse volumique : 1000 $kg.m^{-3}$ ...

2-Analyse organique

L'analyse organique regroupe des méthodes chimiques propres à l'analyse chimique qualitative et quantitative et qui visent à identifier les composés organiques et à élucider leur composition ainsi que leur structure.

L'analyse organique peut être élémentaire ou fonctionnelle.

2.a. Analyse élémentaire

L'analyse élémentaire consiste à établir la constitution en éléments chimiques et à déterminer les proportions d'atomes (composition centésimale massique) de chaque élément chimique dans la substance. Les techniques actuelles permettent de déterminer avec précision des teneurs pouvant aller jusqu'à des proportions de 10^{-9} avec des appareils commerciaux. Elle peut être :

- qualitative : identification des principaux atomes des molécules ;

On transforme le composé en dérivés minéraux (minéralisation) dont l'analyse est plus facile.

- Carbone et Hydrogène sont mis en évidence par des réactions de combustion. On brule l'échantillon ($A + O_2 \longrightarrow CO_2 + H_2O$);

La présence de CO_2 indique la présence de Carbone.

La présence de H_2O indique la présence de l'hydrogène.

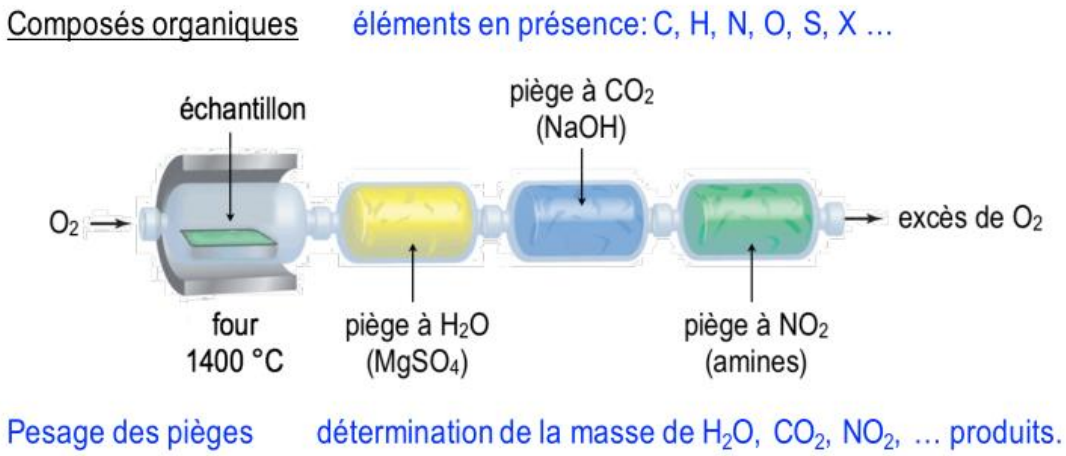
- N, Cl, Br, I et S: le chauffage du produit en présence du sodium (Na) conduit à des sels minéraux faciles à analyser: cyanure (NaCN), halogénure (NaX), sulfure de sodium (Na_2S).

- L'azote (N) peut être aussi transformé en diazote gazeux N_2.

- quantitative : détermination de la quantité des principaux atomes des molécules (composition centésimale massique). Les principales méthodes utilisées pour l'analyse organique élémentaire quantitative (les même que l'analyse qualitative) sont :
  - les méthodes chimiques :
    - attaque acide puis analyse par combustion avec un analyseur élémentaire
    - l'oxydation de Schöniger : dosage des halogènes, du soufre et du phosphore ;

- la méthode de Kjeldahl : dosage de l'azote ;

- les méthodes physiques :
  - la spectrométrie atomique.



Exemple1: Détermination de la masse des constituants du composé

L'analyse quantitative se fait avec les mêmes réactions que l'analyse qualitative.

Si on détermine avec précision les quantités de CO_2, H_2O et N_2 donc on peut déterminer *la quantité de carbone/ à celle de CO_2, *quantité de l'hydrogène/ H_2O et *quantité d'azote/ N_2 dans le composé. Quand à la *masse de l'oxygène c'est la différence en la masse du composé et la somme des autres masses des constituants

Un échantillon de masse m d'un composé organique ne contenant que du carbone, de l'hydrogène et de l'oxygène donc sa formule brute est $C_xH_yO_z$.

- Une mole de CO_2 renferme une mole de C

$$n(C) = n(CO_2) \Rightarrow \frac{m(C)}{M(C)} = \frac{m(CO_2)}{M(CO_2)} \Rightarrow m(C) = \frac{m(CO_2).M(C)}{M(CO_2)} \Rightarrow m(C) = \frac{m(CO_2).12}{44}$$

- Une mole de H_2O renferme deux moles de H :

$$n(H) = 2.n(H_2O) \Rightarrow \frac{m(H)}{M(H)} = \frac{m(H_2O)}{M(H_2O)} \Rightarrow m(H) = 2.\frac{m(H_2O).M(H)}{M(H_2O)} \Rightarrow m(H) = 2.\frac{m(H_2O).1}{18}$$

Par la suite chercher X, Y et Z (Voir formules en bas) ⬇

Exemple2: Détermination de la formule brute:

Si on connait la masse molaire **M** d'un composé et si nous avons déterminé sa **composition centésimale** (% des éléments) alors on peut déterminer sa formule brute.

Soit la formule brute générale $C_XH_YO_ZN_W$ avec **M** sa masse molaire

Alors on doit retenir ces relations qui permettent la détermination des nombres **X**, **Y**, **Z**, **W** et donc la formule brute de $C_XH_YO_ZN_W$.

$$\%\ \text{massique} = \frac{\text{masse d'un constituant}}{\text{masse totale}} * 100$$

%C = 100 m_C/m totale et ⇨ **X** = %C.M/100.M_C = %C.M/100.12

%H = 100 m_H/ m totale et ⇨ **Y** = %H.M/100. M_H = %H.M/100.1

%O = 100 m_O/ m totale et ⇨ **Z** = %O.M/100. M_O = %O.M/100.16

%N = 100 m_N/ m totale et ⇨ **W** = %N.M/100. M_N = %N.M/100.14

Sinon %N = 100% - (%C +%H + %O) même chose pour %O si N n'existe pas.

Exemple:

Corps pur	Analyse élémentaire	
	Elément chimique	Composition massique
Glucose	Carbone	40,0%
	Hydrogène	6,71%
	Oxygène	53,3%

2.b) Analyse fonctionnelle

L'**analyse** organique **fonctionnelle** identifie les **fonctions chimiques** des molécules organiques. Elle peut être:

- directe: les propriétés de la fonction chimique à caractériser sont directement mesurées ;
- indirecte: une réaction chimique avec la fonction chimique à caractériser aboutit à un dérivé dont les propriétés sont mesurées.

Les principales méthodes utilisées pour l'analyse organique fonctionnelle sont les méthodes physiques et physico-chimiques suivantes:

- la spectrométrie : spectrométrie d'absorption moléculaire (**IR**, **UV**, Raman et rotationnelle), spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (**RMN ^{1}H**, **RMN ^{13}C**,;;;;), spectrométrie de masse (**MS**, HRMS,,);
- les méthodes électrochimiques.

Remarque: (La plupart de ces méthodes ont été traités dans d'autres modules)!!!