

Examen d'analyse structurale

27 juin 2023

Signature

Question 1 :

Question 2 :

Question 3 :

Question 4 :

Question 5 :

Question 1

Veillez déterminer pour le produit inconnu :

1. La formule brute
2. Le degré d'insaturation
3. La structure chimique

La formule brute se trouve dans le formulaire annexé. Le produit inconnu possède les spectres caractéristiques suivants :

Spectre de masse

Le spectre de masse (ionisation par électrospray (ESI)) du produit inconnu donne un signal correspondant à la masse monoisotopique de la molécule simplement protonée ($M + H^+$) à 115.0833 Da avec une précision de 100 ppm.

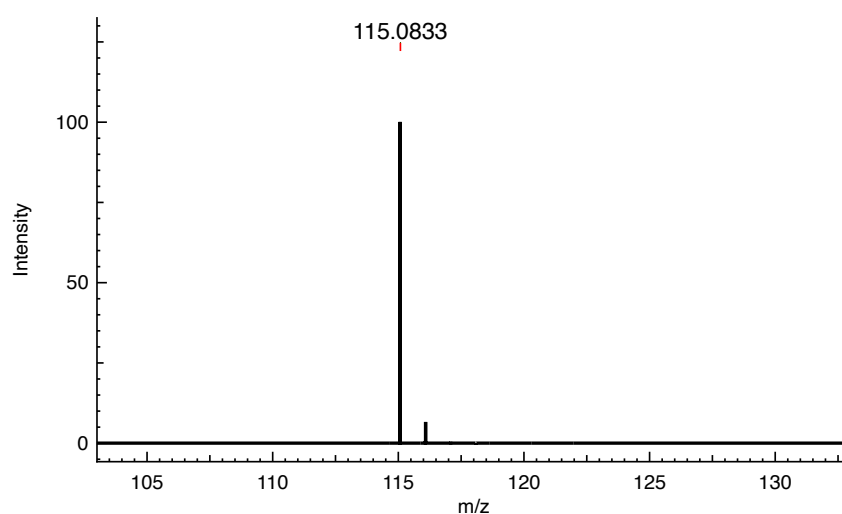


Figure: Spectre de masse (ESI) à haute résolution

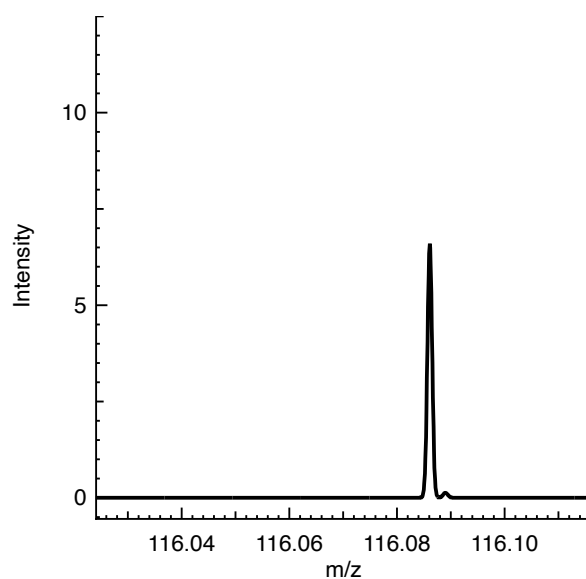


Figure: Spectre de masse (ESI) à haute résolution, agrandissement

Spectre infrarouge

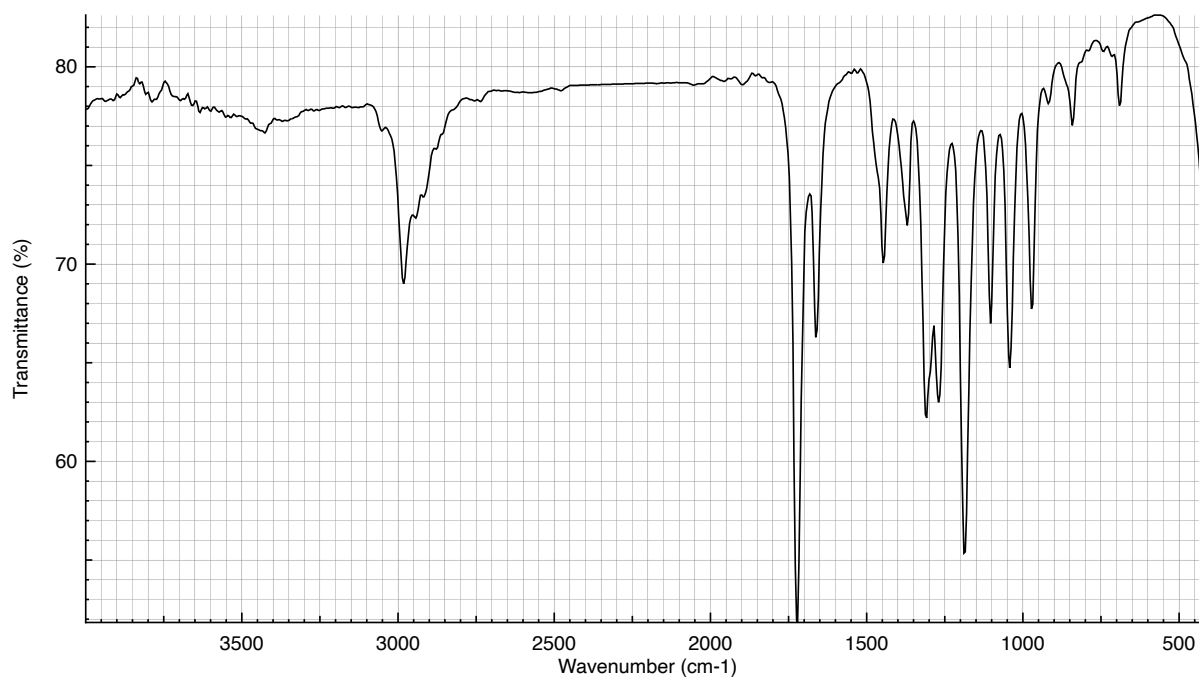


Figure: spectre IR, transmittance (%) en fonction du nombre d'onde (cm⁻¹)

Spectre RMN ¹H 400 MHz (ppm, CDCl₃)

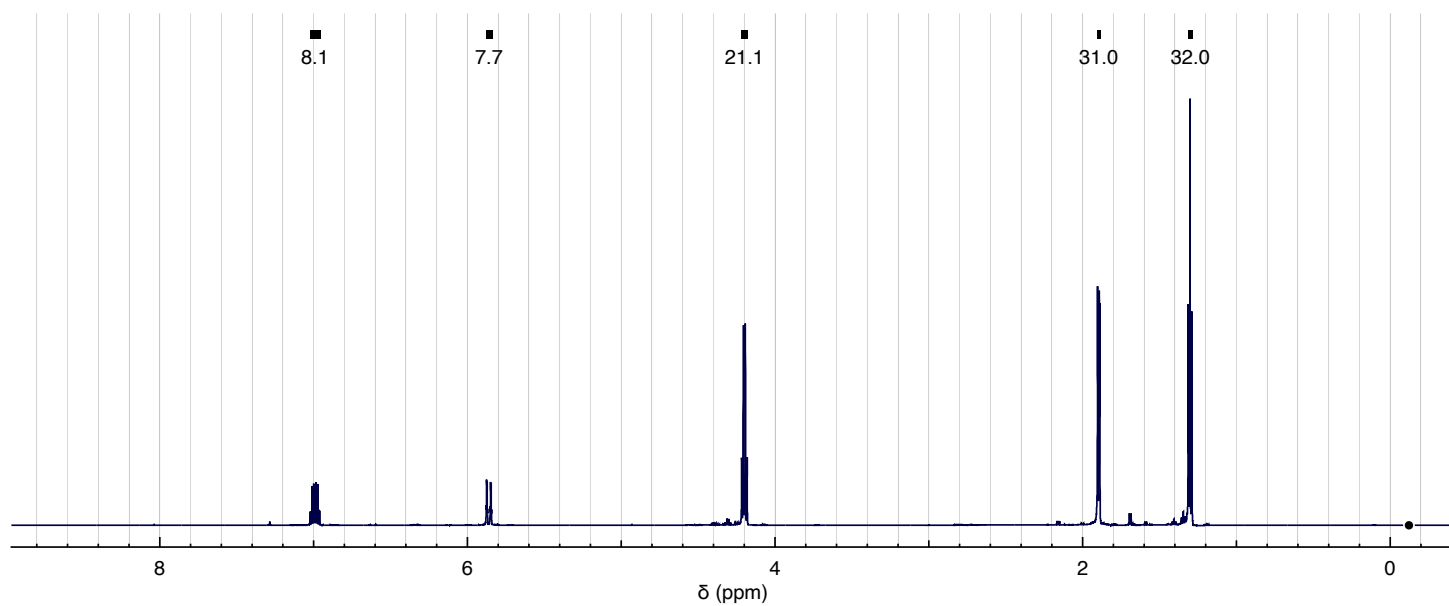


Figure: Spectre RMN ¹H expérimental (400 MHz, CDCl₃), la valeur au-dessus du signal est plus ou moins proportionnelle au nombre de proton.

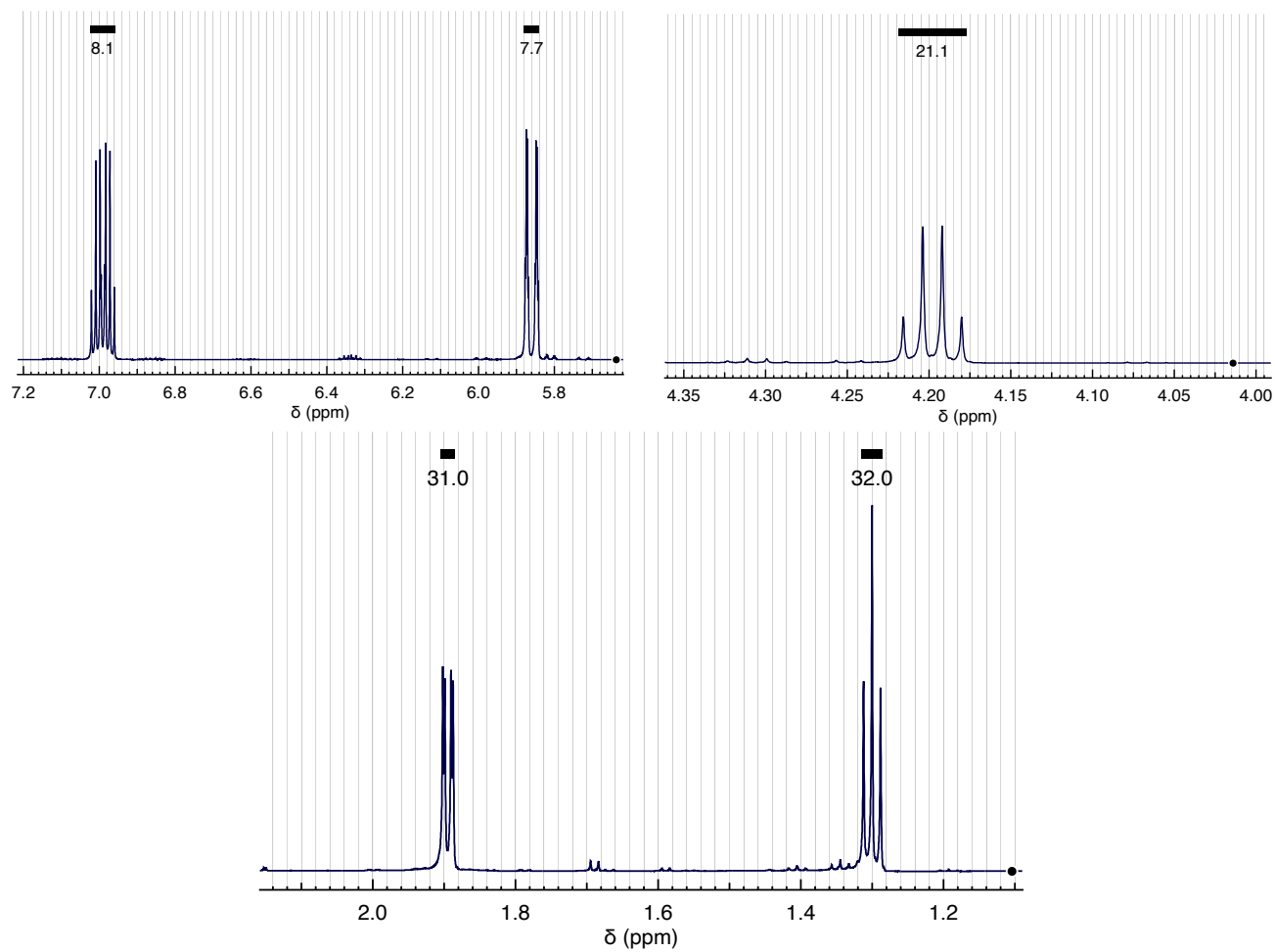


Figure: Spectre RMN ^1H expérimental (400 MHz, CDCl_3): agrandissements

Question 2

Veillez déterminer pour le produit inconnu :

1. La formule brute
2. Le degré d'insaturation
3. La structure chimique

La formule brute se trouve dans le formulaire annexé. Le produit inconnu possède les spectres caractéristiques suivants :

Spectre de masse

Le spectre de masse (impact électronique) du produit inconnu donne un pic correspondant à la masse monoisotopique de la molécule ionisée (M^+) à 166.0257 Da avec une précision de 100 ppm.

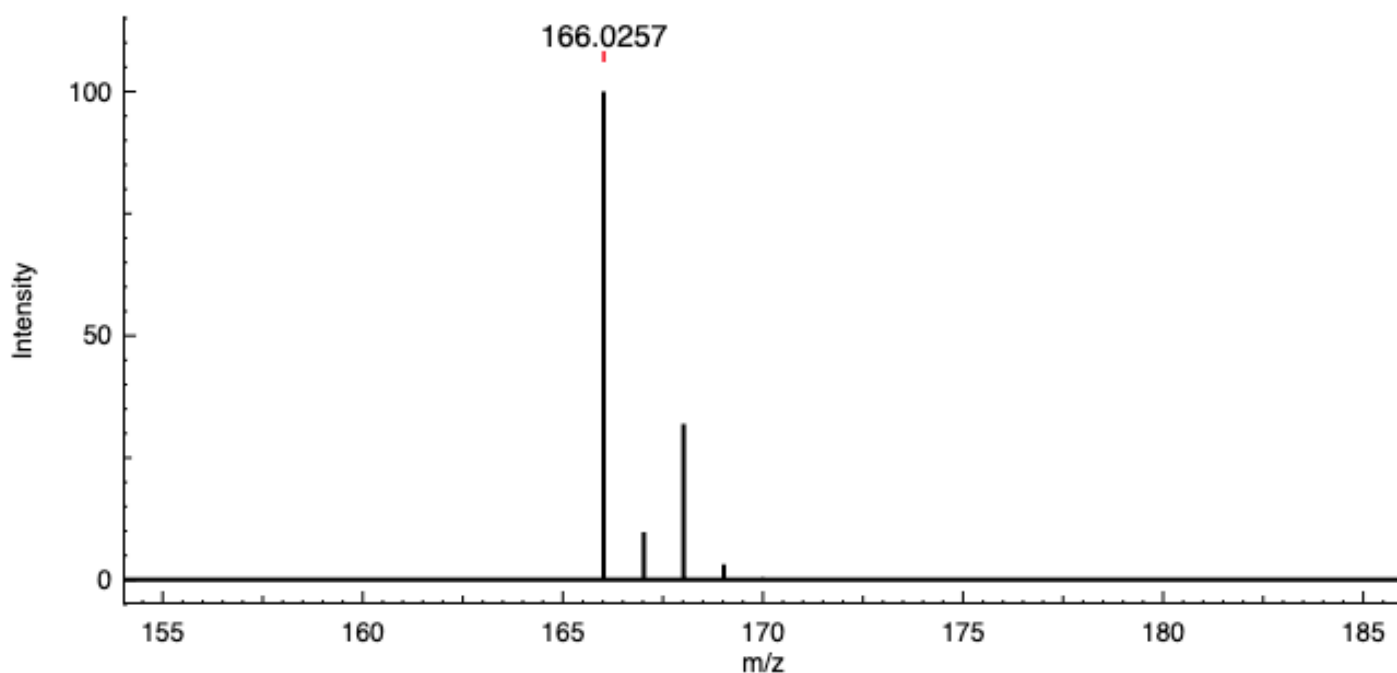


Figure: Spectre de masse (Impact électronique) à haute résolution

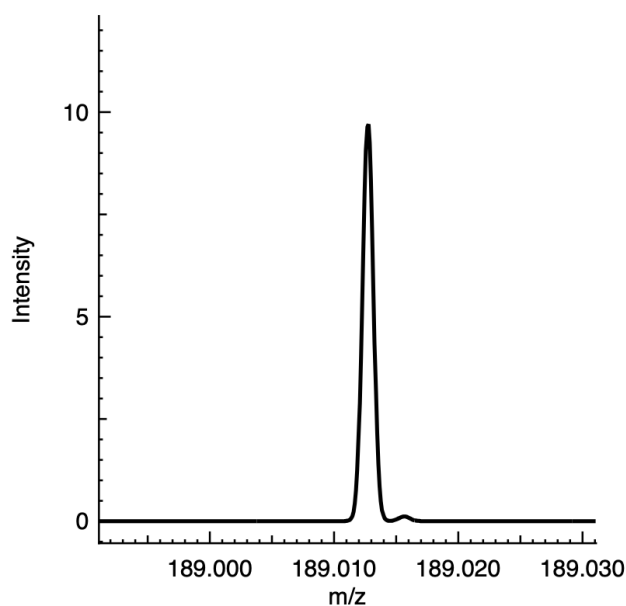


Figure: Spectre de masse (Impact électronique) à haute résolution, agrandissement

Spectre RMN ^1H 400 MHz (ppm, CDCl_3)

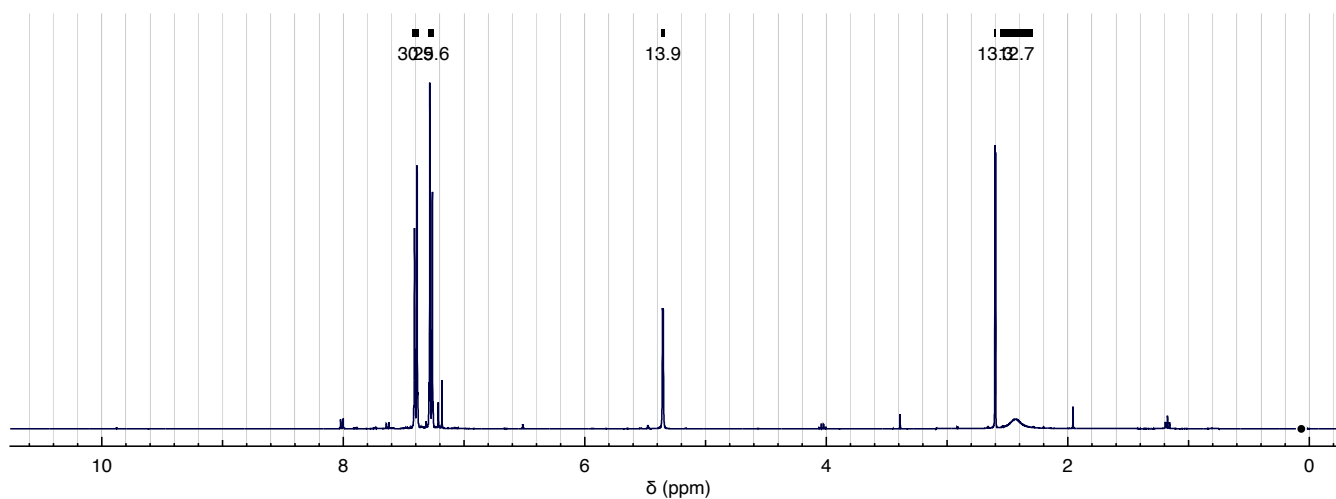


Figure: Spectre RMN ^1H expérimental du produit d'une pureté $>90\%$ (400 MHz, CDCl_3).
La valeur au-dessus du signal est proportionnelle au nombre de proton.

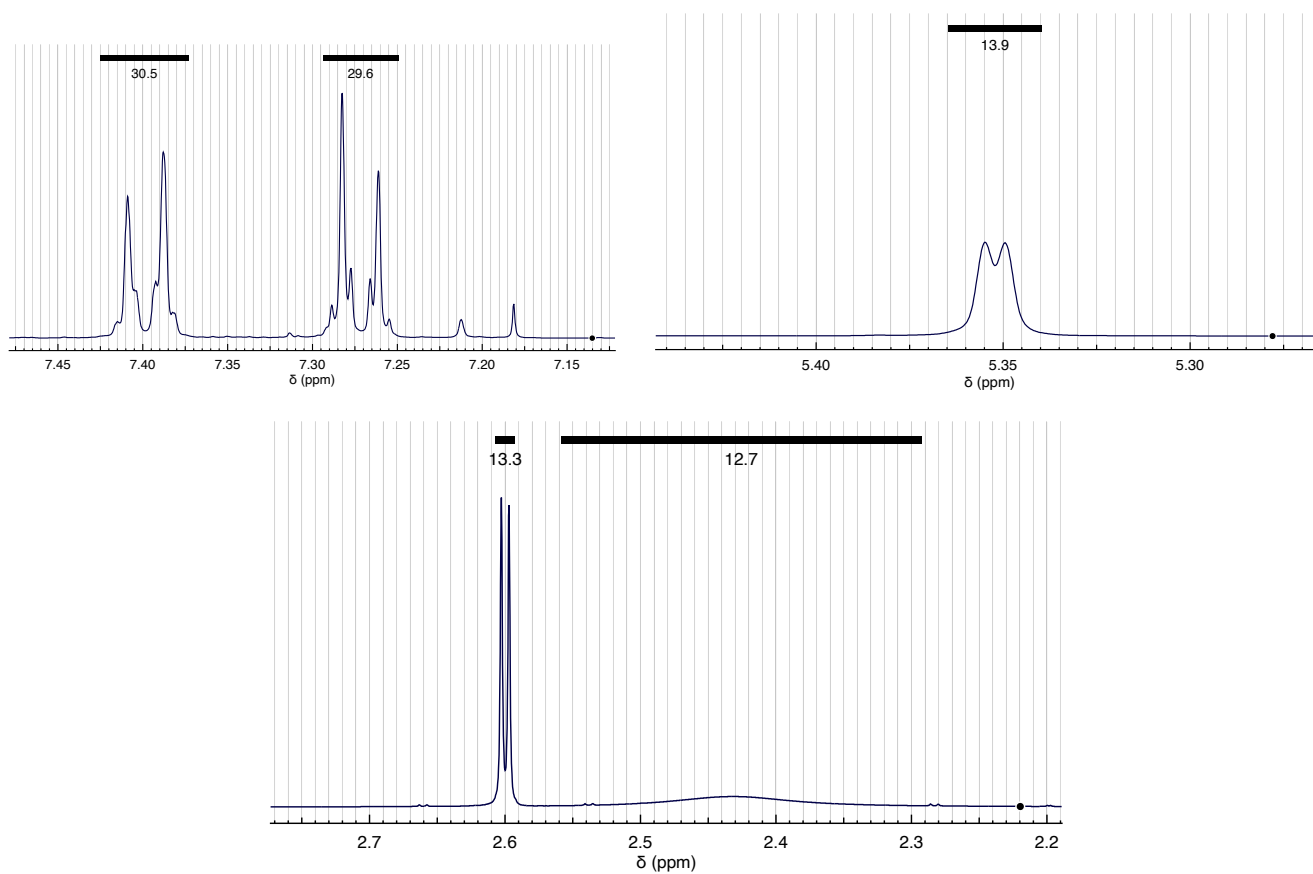


Figure: Spectre RMN ^1H expérimental (400 MHz): agrandissements

Spectre IR

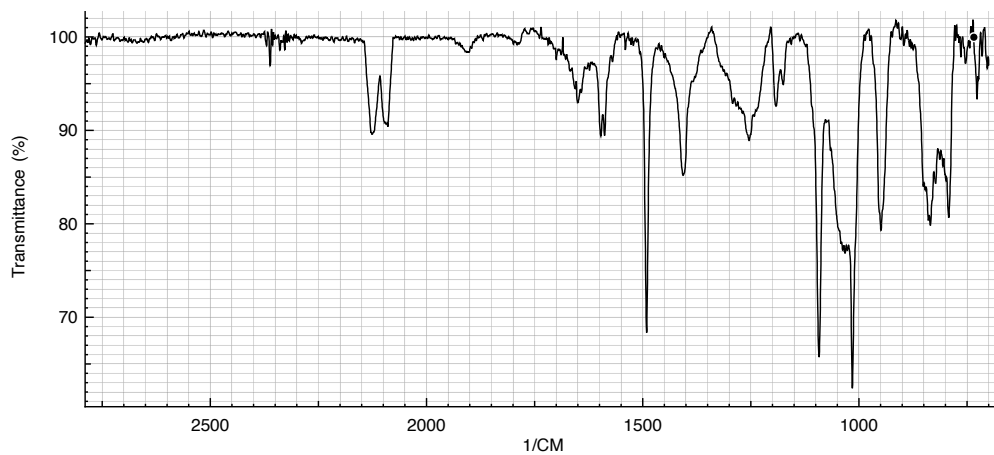


Figure: spectre IR, transmittance (%) en fonction du nombre d'onde (cm^{-1}) entre 700 et 2700 cm^{-1}

Question 3

Veillez déterminer pour le produit inconnu ayant comme formule brute $C_9H_9BrO_2$:

1. Le degré d'insaturation
2. La structure chimique

Le produit inconnu possède les spectres caractéristiques suivants :

Spectre RMN ^{13}C à 100 MHz ($CDCl_3$)

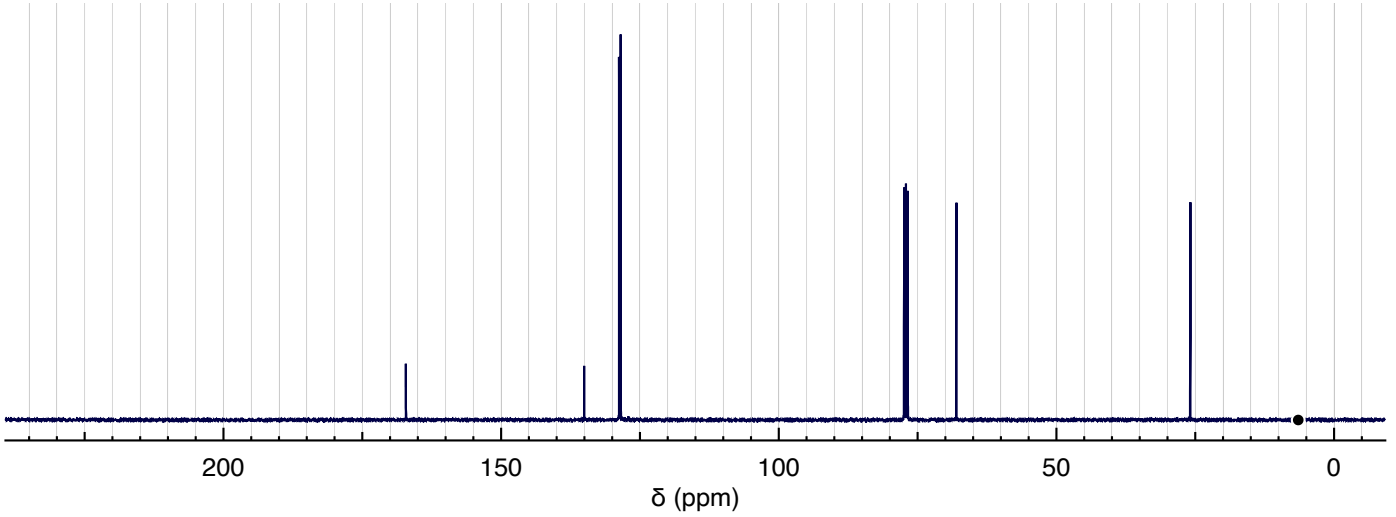


Figure: Spectre RMN ^{13}C découplé expérimental (100 MHz)

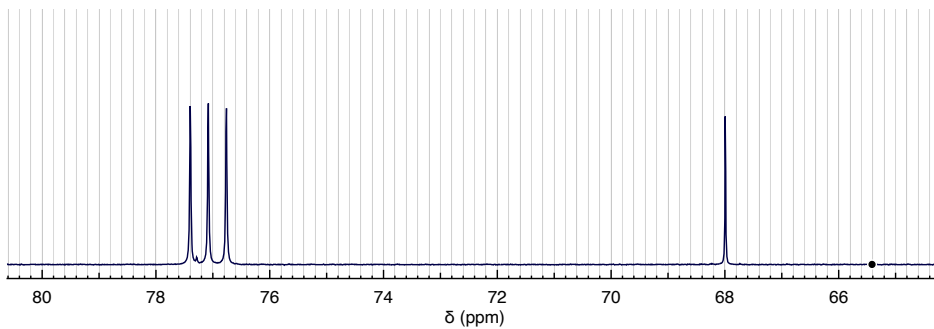
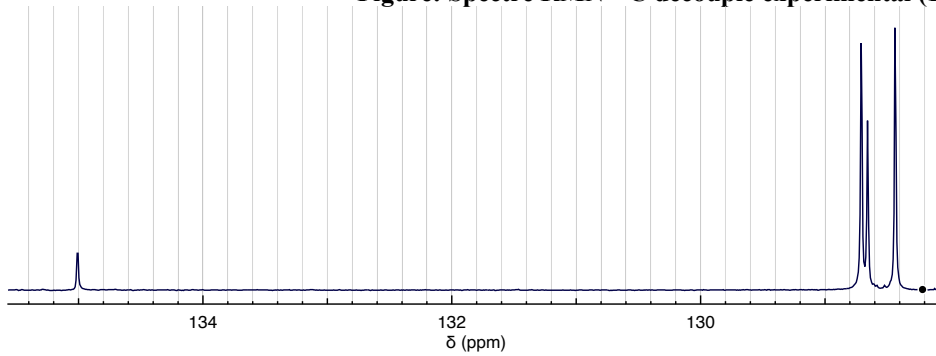


Figure: Spectre RMN ^{13}C découplé expérimental (100 MHz), agrandissement

Spectre IR

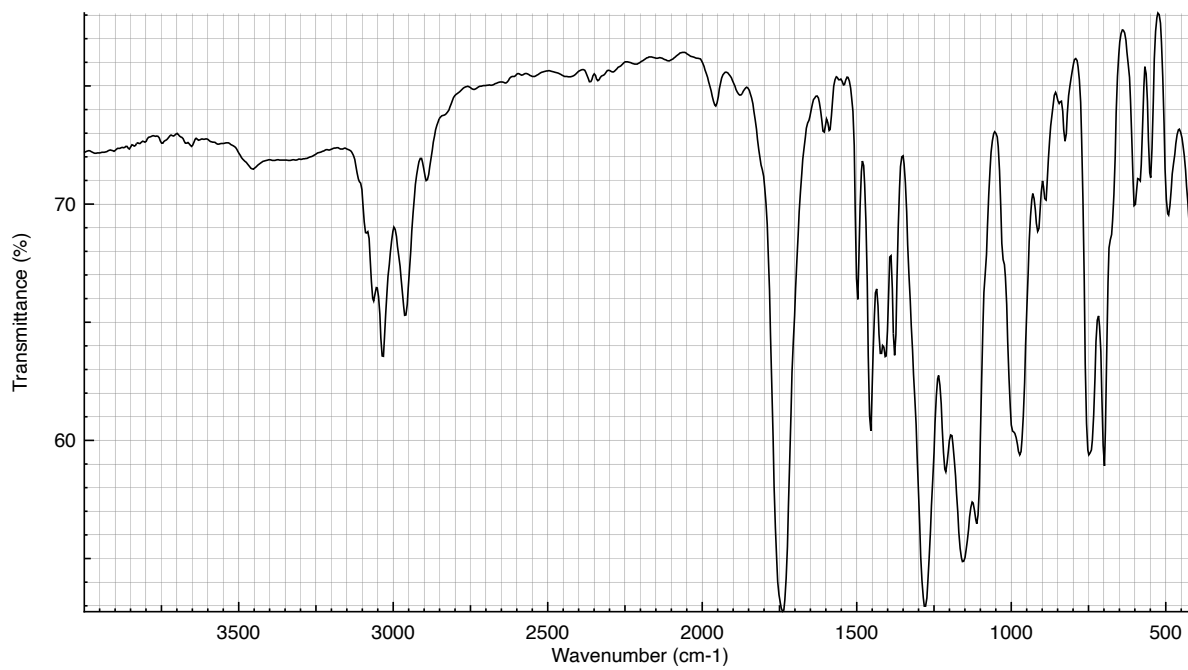
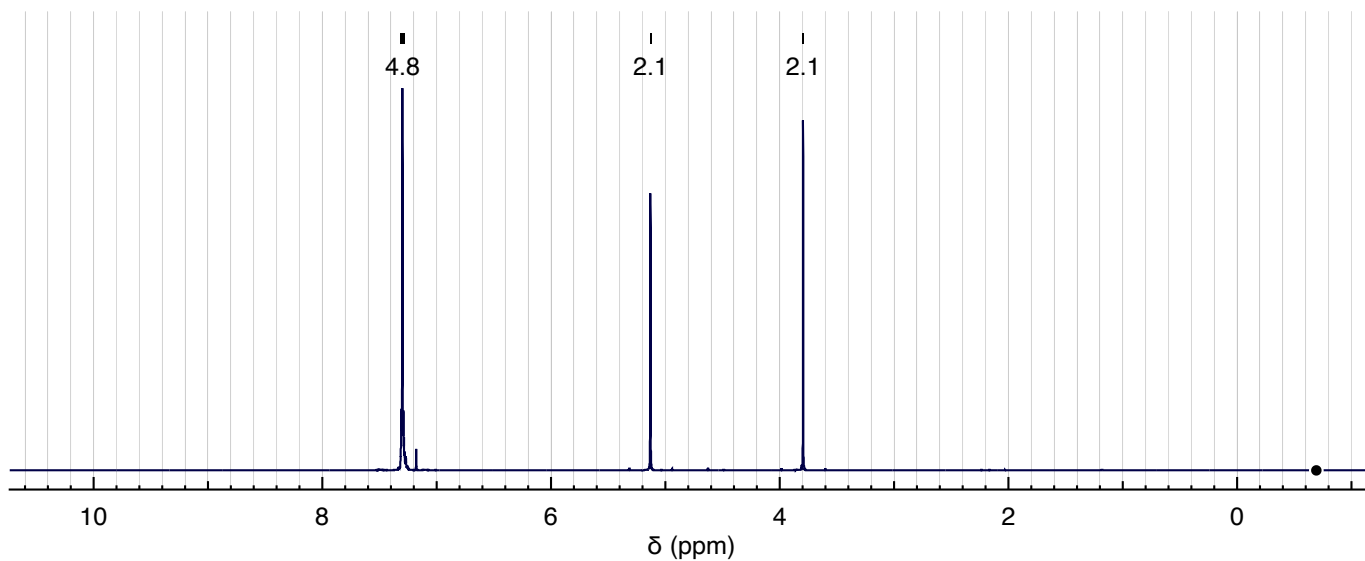
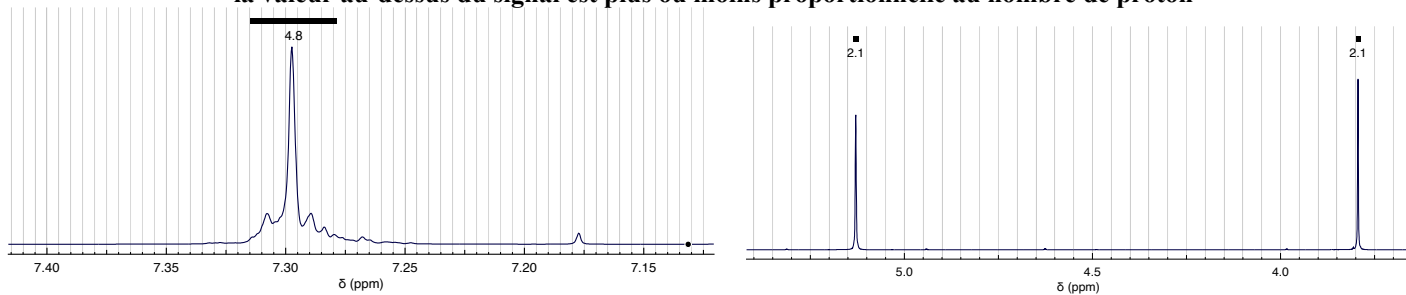


Figure: spectre IR, transmittance (%) en fonction du nombre d'onde (cm⁻¹)

Spectre RMN ^1H 400 MHz (CDCl_3)

**Spectre RMN ^1H (400 MHz, CDCl_3) expérimental,
la valeur au-dessus du signal est plus ou moins proportionnelle au nombre de proton**



Spectre RMN ^1H (400 MHz, CDCl_3): agrandissements

Question 4

Veillez déterminer pour le produit inconnu :

1. La formule brute
2. Le degré d'insaturation
3. La structure chimique

La formule brute se trouve dans le formulaire annexé. Le produit inconnu possède les spectres caractéristiques suivants :

Spectre de masse

Le spectre de masse du produit inconnu donne un signal correspondant à la masse monoisotopique de la molécule doublement protonée ($M+2H^+$) en 93.0068 Da avec une précision de 100 ppm.

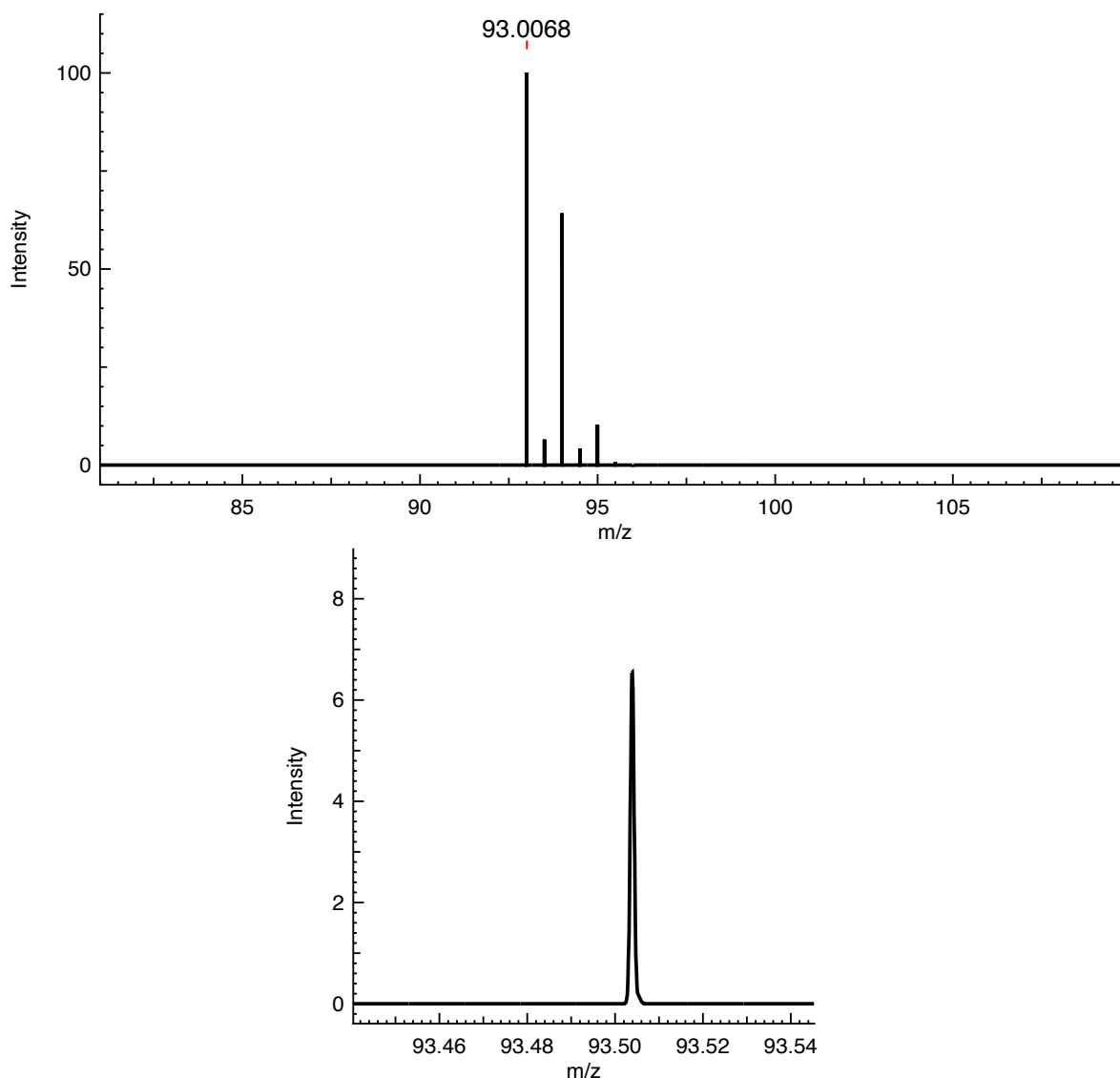


Figure: Spectre de masse ($M+2H^+$) à haute résolution + agrandissements

Spectre RMN ^1H 400 MHz

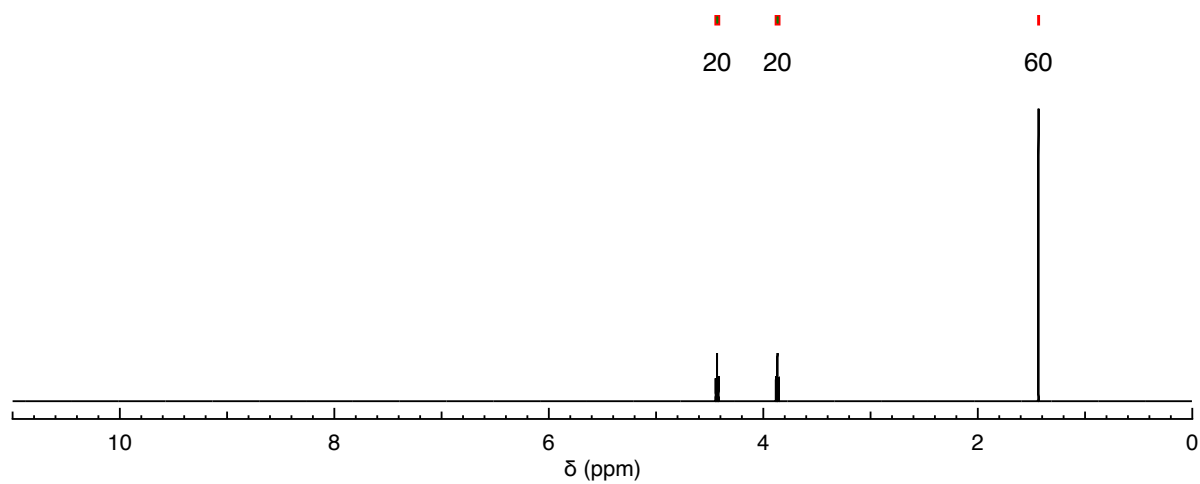


Figure: Spectre RMN ^1H simulé (400 MHz, CDCl_3), le nombre de proton relatif est indiqué au-dessus du signal.

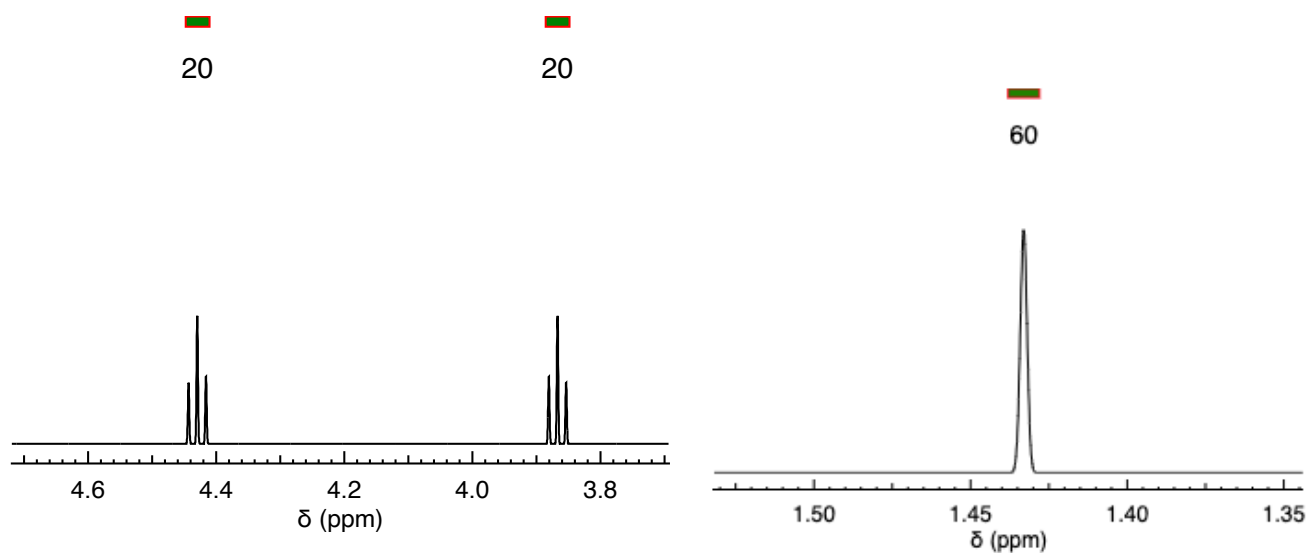


Figure: Agrandissements du RMN ^1H simulé (400 MHz, CDCl_3), le nombre de proton relatif est indiqué au-dessus du signal.

Question 5

Veillez donner la structure correspondant à l'acide aminé protéinogène protégé sur l'azote par un 'Boc' (*tert*-butyloxycarbonyl).

Vous avez comme information le spectre RMN ci-après.

Veillez indiquer les signaux caractéristiques qui ont permis d'identifier l'acide aminé !

Le solvant est le méthanol deutéré (4 deutériums). Il a 2 caractéristiques importantes :

- Le solvant résiduel est un quintuplet en 3.3ppm
- Les protons échangeables (OH, NH) vont être remplacés par du deuterium et ne seront pas visible dans le spectre RMN du proton. A la place ils apparaîtrons tous ensemble dans un même signal aux alentours de 4.9ppm.

Spectre RMN ^1H 400 MHz

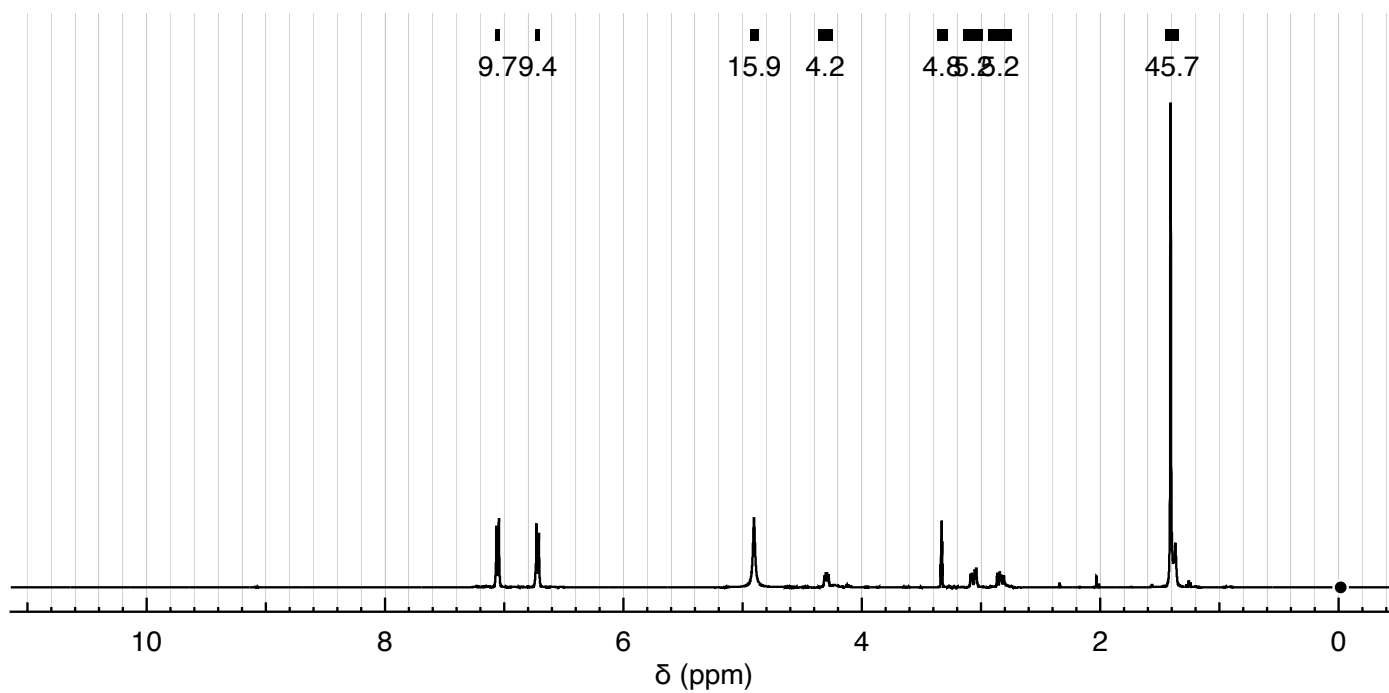


Figure: Spectre RMN ^1H d'un Boc-Xaa-OH (400 MHz, CD_3OD), le nombre de proton relatif est indiqué au-dessus du signal.

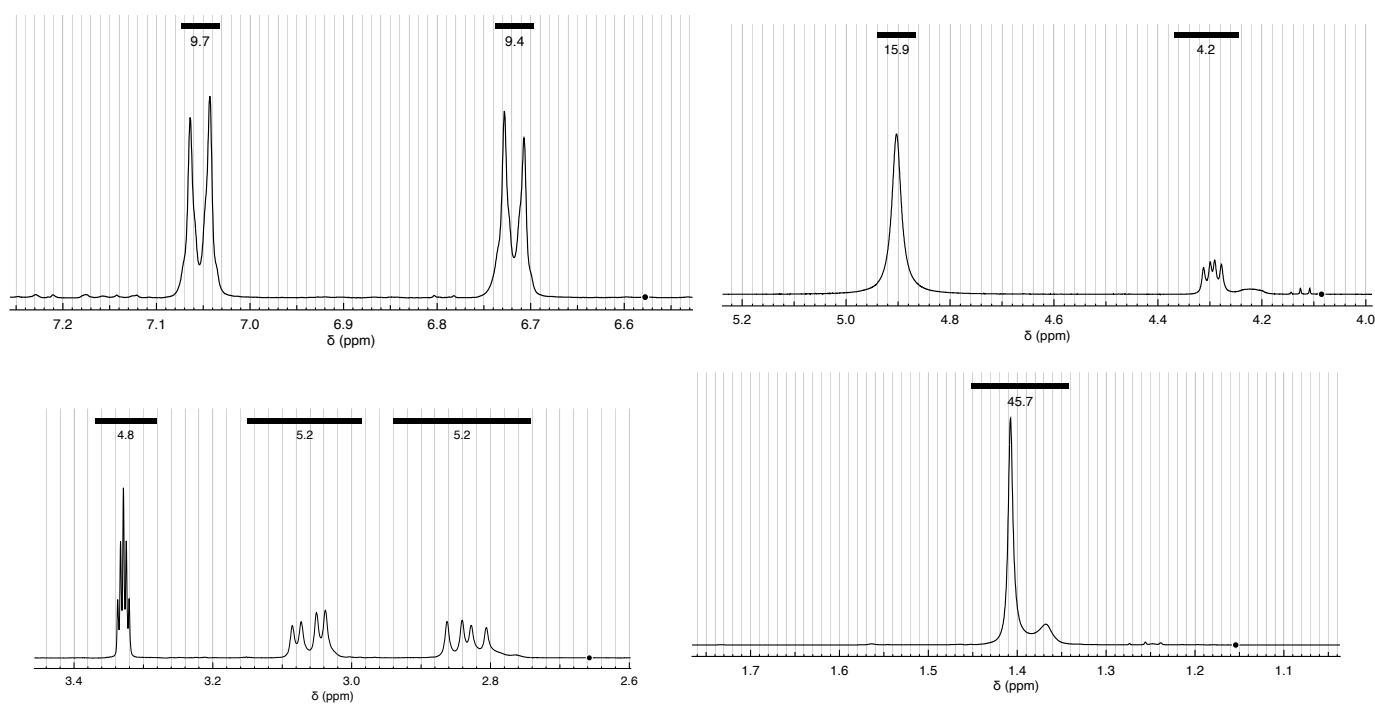


Figure: Agrandissements du RMN ^1H expérimental (400 MHz, CD_3OD), le nombre de proton relatif est indiqué au-dessus du signal.