

<https://peda.net/p/myllyviita/spektroskopia>

Spektrometria ja spektroskopia -koulutus

Ari Myllyviita, FM, yhteisöpedagogi (AMK)

**Kemian ja matematiikan lehtori,
Helsingin yliopiston Viikin normaalikoulu**



Aikataulu ja ohjelma (6h –versio)



Klo	Teema
10.00	Kurssin avaus - kurssin tavoitteet - osallistujien odotukset - aineisto
10.15	Spektroskopia ja LOPS 2019
10.30	Erilaisten menetelmien perusteet – teoriaa Spektrikirjastot opettajan työkaluna – pedagoginen ulottuvuus
11.00	Massaspektrometria ja moolimassan määrittäminen
11.45	IR-spektroskopia ja funktionaalisten ryhmien määrittäminen
12.30	TAUKO
13.15	Oman työn valmistelu HNMR ja CNMR -spektroskopioiden ja molekyylien atomien (vety ja hiili) erilaiset ympäristöt
14.45	UV-spektroskopia ja kvantitatiivinen pitoisuuden määrittäminen
16.00	Kurssin päättäminen

Aineisto ja reaaliaikainen tieto



Koulutuksen sivusto
(peda.net)

Kemian opetuksen [blogi](#)

Kemian opettajien
vertaisryhmä (Facebook)

Spektrometriaa ja spektroskopiaa lukiossa

Miksi spektroskopiaa?

Spektroskopia on nykyaikainen laboratoriomenetelmä, jolla selvitetään tuntemattomien aineiden rakenteita, tunnistetaan alkuaineita, varmistetaan reaktioiden tuotteita ja mahdollisesti analysoidaan myös tiettyjen aineiden pitoisuuksia. Spektroskopia perustuu eri aallonpituuksilla olevan säteilyn (ultraviolettii, näkyvä valo, infrapuna) vastaanottamiseen tai lähettämiseen. Molekyylit, atomit tai joku rakenneosasta vastaanottaa säteilyä, esimerkiksi näkyvää valoa, ja se voidaan mitata. Tai toisessa tilanteessa molekyyli tai atomi emittoi (lähettää) absorboitun (vastaanotetun) aallonpituuden. Tämä voidaan mitata.

Spektroskopian perusteet - koulutusta opettajille

Tulossa syksyille 2021:

sunnuntaina 5.9.2021 klo 10-16
ilmoittautuminen: <https://bit.ly/ChemEduKoulutus>
Hinta 100 € + alv

Päivityksiä

Arvi
Etusivu

Julkaistu

EHDOTETUT JÄSENET

Kaverit

Tarja Kujo Lisää jäsen

Jari Laru Lisää jäsen

Jake Jarkko Räsänen Lisää jäsen

Näytä lisää

KUVAUS

Kemian opettajaksi valmistuvien ja valmistuneiden verkosto. Tuem... Näytä lisää

TUNNISTEET

Lisää merkintöitä

Lisää pari kuvaavaa avainsanaa.

SIJAINNIT

Lisää sijainteja

LUO UUSIA RYHMIÄ

Ryhmiä ansiosta jakaminen kavereille, perheenjäsenille ja tiimin jäsenille on helpompaa kuin koskaan.

RYHMIEN VIIMEIKAISET KUVAUS

Näytä kaikki

Kemian opettajat - vertaisryhmä

Suljettu ryhmä

Tietoja

Keskustelu

Jäsenet

Tapahtumat

Kuvat

Tiedostot

Ryhmän kävijätiedot

Valvo ryhmää

Hae tästä ryhmästä

Pikalinkit

- Matematiikka
- Matematiikan TVT-ryhmä
- Kemian opettajat -vertai...
- Digivoimaa MaFyKe
- Tietokoneet yo-kirj...
- TVT MAOL kouluttajat
- Microsoft Office365...
- Tieto- ja viestintätek...

Tarja Patama 45 min

Miten Marvin Sketchillä saakaan nitroryhmän vaikka johonkin benseenirenkaseen kiinni? 3. kursorilla keksittiin yhtäkkiä monia keinoja, mutta löytyykö nitroryhmä jostain luettelosta suoraan, ettei tarvitse kikkailaa?

Marika Suovanen 5 kommenttia

Tykkää Kommentoi

Ritva Romppanen Laita ensin benseenirenkaseen kiinni vaikkapa hiili. Sitten mene hiilen päälle ja kirjoita no2.

Tykkää Vastaa 31 min

Leena Brodtkin On siellä se lista ryhmistä, jotka voi liittää. Tietenkin, jos hakee nimellä tnt, niin luulis tulevan.

Tykkää Vastaa 24 min

Petra Luukko 2D:nä ainakin näin - Insert - Groups - Mene hiirellä N:n kohtaan (N=typpi), klikkaa plussasta typpiä vaihtoehdot esiin - etsi NO - ja klikkaa plussasta sen vaiko esiin - valitse NO2 ja klikkaa sulje - mene sen jälkeen siihen kohtaan molekyyliä, mihin haluat ryhmän NO2. (Esim. vaihtaa vedyn tilalle NO2-ryhmän.)

Tykkää Vastaa 16 min Muokattu

Nelly Heiskanen Joo, sieltä löytyy "template library", jossa muistakseni "heterocyclic compounds".

Tykkää Vastaa 16 min

Nelly Heiskanen Ainakin näin muistelen löytäneeni ne etsiskellessäni heksaanin tuoli- ja venekonformaatioita.

Tykkää Vastaa 14 min

Ritva Romppanen Marvinissa voi näppäimistöä suoraan kirjoittaa monia ryhmiä menemällä hiirellä atomin päälle. Ei tarvitse paina monimutkaisesti ryhmää hakoa, eikä edes

LUKION OPETUSSUUNNITELMAN PERUSTEET 2019



OPETUSHALLITUS
UTBILDINGSSTYRELSEN

Spektroskopia ja LOPS 2015 ja 2019

Opetuksen keskeiset sisällöt (KE3 moduuli, LOPS 2019)



Keskeiset sisällöt

- ***liuoksen valmistus ja laimentaminen sekä standardisuoran sovittaminen pitoisuuden määrittämiseksi***
 - UV-spektroskopian soveltaminen
- ***suhdekaavan ja molekyylikaavan selvittäminen laskennallisesti sekä rakenneisomeria***
 - erilaisen spektrometrinen ja spektroskopisen tiedon soveltaminen
- ***tutustuminen spektrien antamaan informaatioon aineen rakenteesta***
 - erilaisen spektrometrinen ja spektroskopisen tiedon soveltaminen

Keskeisiä sisältöjä voidaan tarkastella esimerkiksi seuraavilla kokeellisilla tutkimuksilla: ... liuoksen valmistus ja laimentaminen sekä liuoksen pitoisuuden määrittäminen standardisuoran ja lineaarisen mallin avulla.

- UV-spektroskopian soveltaminen

MAOL:in ”tulkintaohje” opetus-suunnitelman perusteisiin



Tutkimisen taitoja ...

- liuoksen pitoisuuden määrittäminen standardisuoran ja lineaarisen mallin avulla
- joidenkin selvästi erottuvien funktionaalisten ryhmien tunnistaminen IR- ja erilaisten vety-ympäristöjen määrän tunnistaminen H-NMR-spektreistä
- moolimassan arvioiminen MS-spektristä

TVT-taitoja ...

- standardisuoran sovittaminen voidaan tehdä esimerkiksi konsentraatio/absorbanssi tai massa/konsentraatio -dataan

Matemaattisen osaamisen taitoja ...

- suoran sovittamisesta saadun lineaarisen mallin käyttö esimerkiksi tunnettua absorbanssia vastaavan pitoisuuden laskemiseksi

Aineistosta poimittua



Suhdekaava lasketaan alkuaineiden massoista tai näytteen massaprosenttisista koostumuksista, mutta suhdekaavan määrittämistä palamistuotteista ei edellytetä. Molekyylikaava voidaan määrittää käyttämällä MS-spektristä saatavaa moolimassaa.

Spektrien tulkitsemisessa tavoitteena on yhdistää annetut yksinkertaiset molekyylit näiden spektreihin. Tunnistaminen tapahtuu IR- ja H-NMR-spektrien funktionaalisista ryhmistä antaman tiedon avulla.

Spektrometrian käyttöä tarkennetaan tukiaineistossa:

Spektrometrian käsittelyssä paino on spektrien tulkinnalla. opiskelijan pitäisi esimerkiksi tunnistaa moolimassa massaspektristä, mutta fraktioiden tulkintaa ei edellytetä.

- massapektrometria mahdollistaa moolimassan määrittämisen

IR-spektristä opetellaan tunnistamaan yleisiä ja helposti erottuvia sidoksia kuten karbonyylihiilen sidos.

- IR-spektrit mahdollistavat yleisten funktionaalisten ryhmien tunnistamisen, kuten hydroksyyliiryhmän (OH-ryhmä), karbonyyliiryhmän (C=O-ryhmä)

H-NMR-spektristä voidaan käsitellä esimerkkinä jonkin yksinkertaisen yhdisteen kuten etanolin spektrin tulkitseminen. Opiskelijan tulee tunnistaa spektristä erilaisten vety-ympäristöjen määrä ja osata tunnistaa helposti erottuvat funktionaaliset ryhmät.

- HNMR-spektreistä voidaan tulkita tiettyjen vetyjen ympäristöä ja joukko funktionaalisia ryhmiä spektrioppiikkien sijainnin perusteella

Pohdiskelua – Miten teema esiintyy omassa oppikirjassa?



Mooli 3	Ioni 3	Sidos 3	Orbitaali 3
Pitoisuus, standardisuora (UV)	Molekyylikaavan määrittäminen	Pitoisuus ja UV	(peda.net-versiossa voi itse määrätä etenemisjärjestyksen)
Spektroskopiaa: UV, IR, NMR	Massaspektrometria ja moolimassa	Rakenne ja spektroskopia	
Massaspektrometria	Funktionaaliset ryhmät ja IR	Massaspektrometria ja suhdekaava	
Röntgenkristallografia	NMR ja rakenneisomeria		
	Pitoisuus ja UV		



MAOL-taulukot ja IR-spektroskopia

Sidosten ve

Sidos	Yhdistettyyppi	Aaltoluku cm^{-1}	Intensiteetti, muoto
C - I	jodialkaani	490–620	vahva
C - Br	bromialkaani	500–600	vahva
C - Cl	kloorialkaani	600–800	vahva
C - F	fluorialkaani	1 000–1 400	vahva
C - O	alkoholi, esteri, eetteri	1 050–1 410	vahva
C \cdots C	aromaattinen	1 450–1 600	keskivahva
C = C	alkeeni	1 610–1 680	keskivahva-heikko
C \equiv C	alkyyini	2 100–2 260	vaihtelee
C = O	aldehydi, ketoni, karboksyylihappo, esteri	1 700–1 750	vahva
O - H	karboksyylihappo	2 500–3 300	vahva, hyvin leveä
C - H	alkaani	2 850–3 000	vahva
C - H	alkeeni, aromaattinen	3 000–3 100	vahva
C - H	alkyyini	\approx 3 300	vahva
N - H	amiini	3 300–3 500	keskivahva, prim. amiinilla kaksi piikkiä
O - H	alkoholi, fenoli	3 200–3 600	vahva, leveä

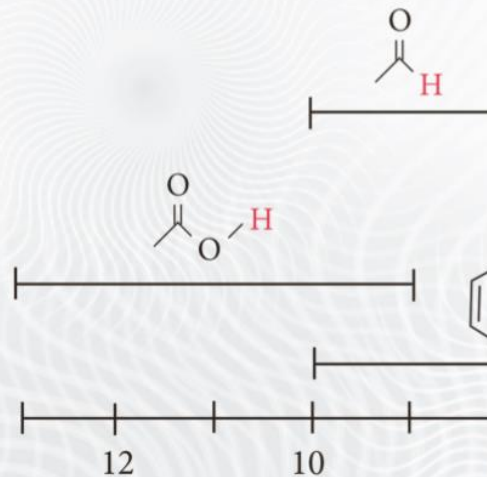
4 000

MAOL-taulukot ja NMR-spektroskopia



Tyypillisiä kemiallisia siirtymiä ^1H NMR -spektrissä suhteessa tetrametyylisilaaniin (TMS)

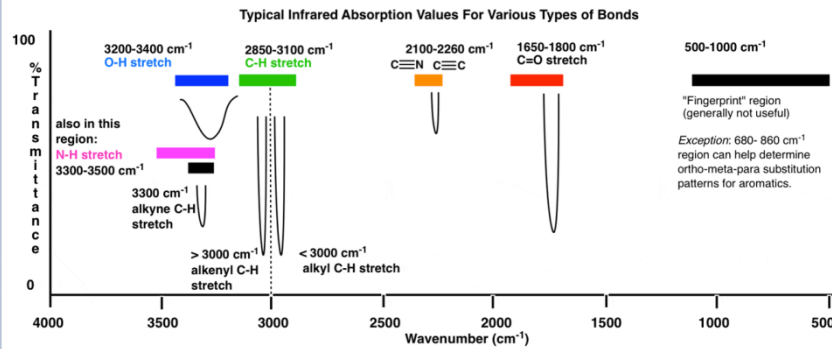
X = F, Cl, Br, I



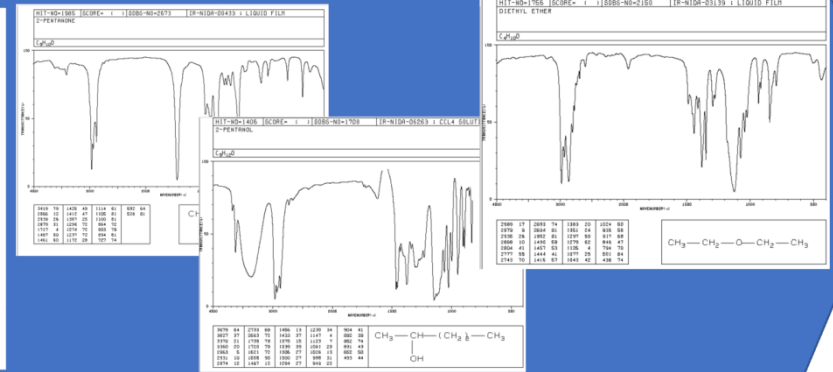
H-ytimen ympäristö	Selite	Kemiallinen siirtymä ppm
$\text{R}-\text{CH}_3$	primäärinen	0-4
R_2CH_2 tai R_3CH	sekundäärinen tai tertiäärinen	1,5-4,5
ROH	alkoholi	0,5-8
RNH_2	amiini	1-6
$\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	alkyyini	2,5-3
$\text{XC}-\text{H}$	X = Br, Cl, I	2,5-4
$\text{FC}-\text{H}$	alkyyylifluoridi	4-4,5
$\text{C}=\text{C}-\text{H}$	alkeeni	4-8
$\text{Ar}-\text{H}$	aromaattinen yhdiste	6-10
RCHO	aldehydi	8-10
RCOOH	karboksyylihappo	9-13

Perinteinen

Spektrikartta (valmis)

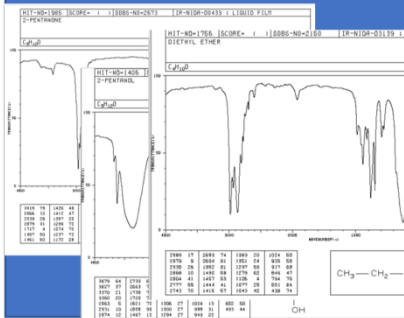


Spekrien tulkintaa

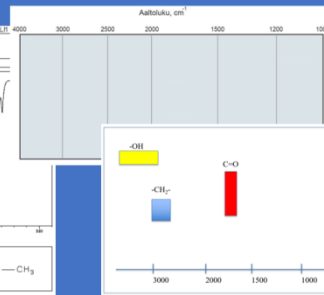


Mallintaminen

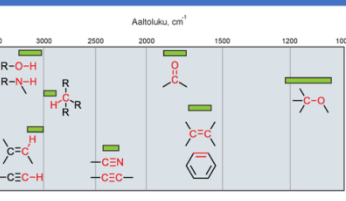
Spekrien tulkintaa Spektrikirjasto



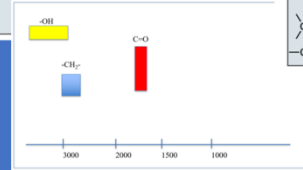
Spektrikartta (oma)



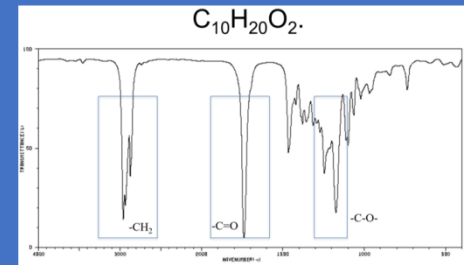
Mallintaminen



Spektrikartta (ryhmä)



Spektrikartta (testaus)



Spektroskopian pedagogiikka

Pedagogi- nen osio?

Tiedekäytäntölähtöinen opetus (USA: projektioppiminen)

Sitoutumisen (engagement) edellytyksiä
ovat

- toiminnan tai tehtävän tilannekohtainen kiinnostus (tieto, arvo ja tunteet)
- opiskelijan toimintaan tai tehtävään liittyvät taidot (tilanneresurssit),
- toiminnan tai tehtävän haaste (tilannetehtävän vaatimukset)

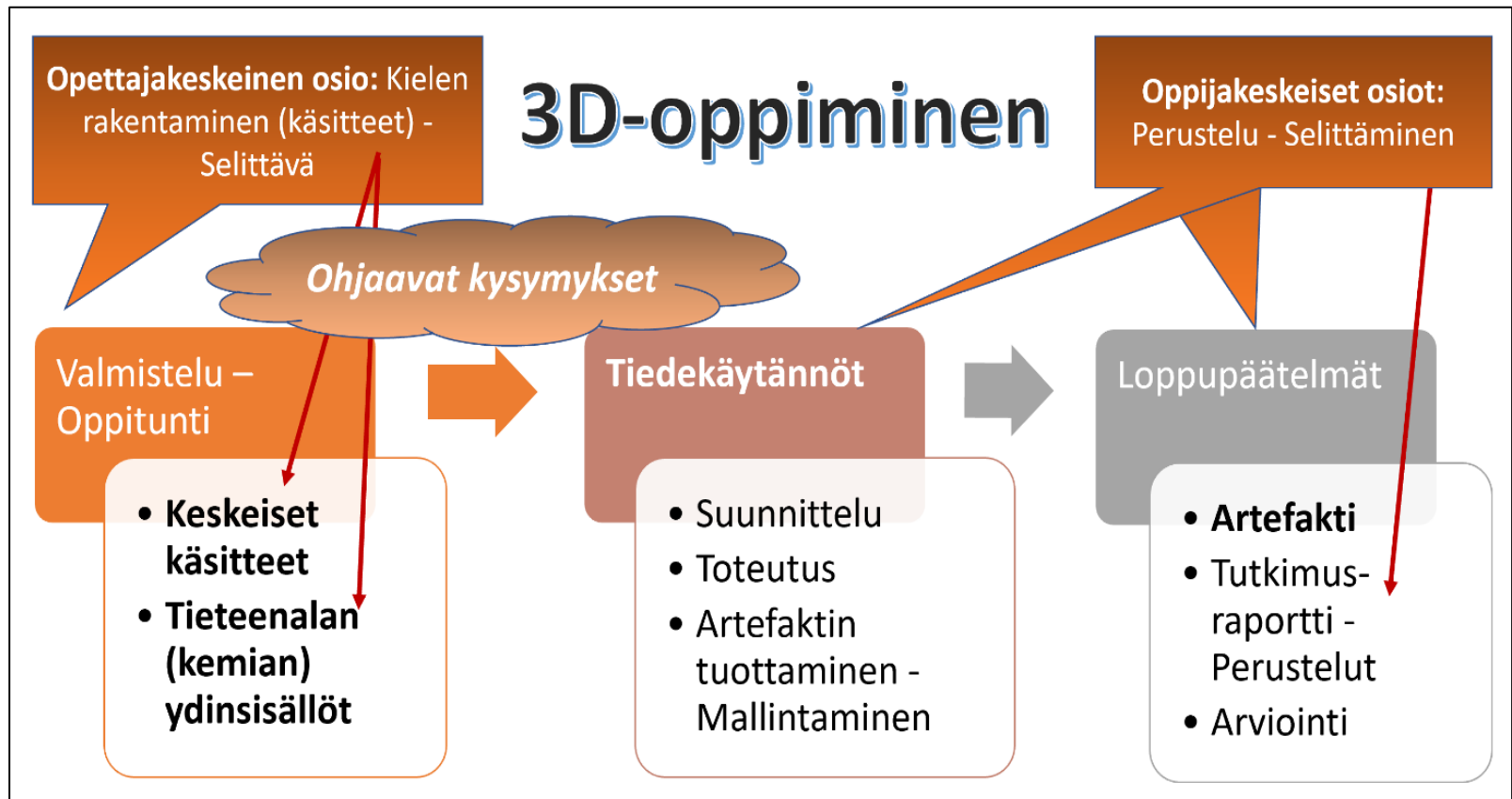
Edellytykset liittyvät subjektiivisiin tunteisiin, kuten onnellisuus, nautinto, luottamus ja tylsyyden tai hämmennyksen puute

3D-oppiminen



Kolmiulotteinen oppiminen koostuu

- 1) tietokäytänteistä (science and engineering practices),
- 2) tieteenalan ydinsisällöistä, oppimisen tavoitteesta (disciplinary core ideas)
- 3) tieteen alat ylittävistä keskeisistä käsitteistä (crosscutting concepts, CC)



Tiedekäytäntölähtöistä opetusta



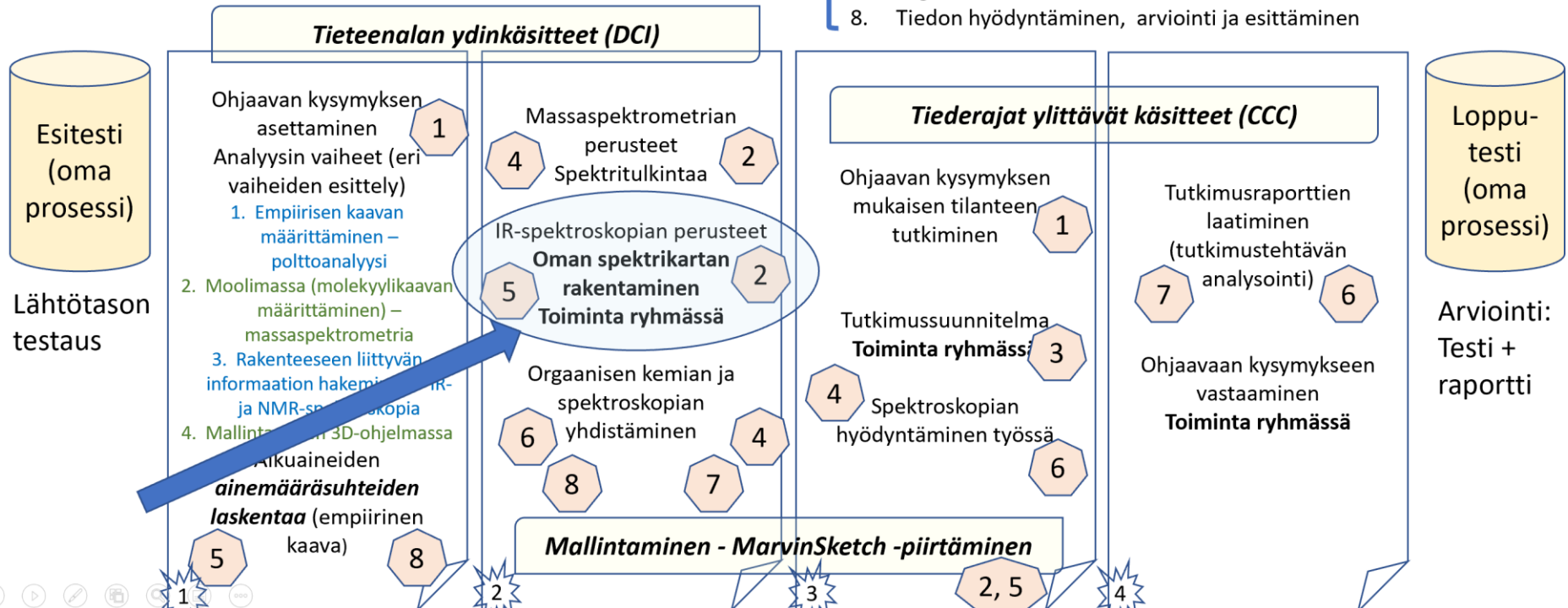
Tiedekäytäntölähtöinen opetus – Spektroskopia-esimerkki

3D-oppiminen: 1) DCI, 2) CCC, 3) Tiedekäytännöt

Ohjaava kysymys: Kaapissa on vanha lääkepakkaus, josta viim. käyttöpäivä ei käy enää selville. Onko se edelleen käyttökelpoinen?

Tiede-
käytännöt

1. Kysymysten laatiminen ja ongelmien määrittely
2. Mallien (artefaktin) kehittäminen ja käyttö
3. Tutkimusten suunnittelu ja toteuttaminen ja ratkaisujen muotoilu
4. Aineiston analysointi ja tulkitseminen
5. Matemaattinen ja algoritminen ajattelu
6. Selitysten rakentelu ja ratkaisujen muotoilu
7. Argumenttien sitominen tutkimustuloksiin
8. Tiedon hyödyntäminen, arviointi ja esittäminen

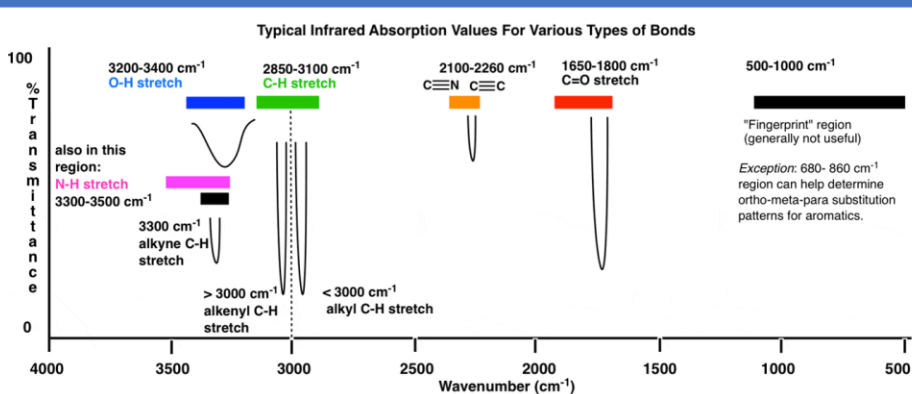


Spektritulkinnan opetus?

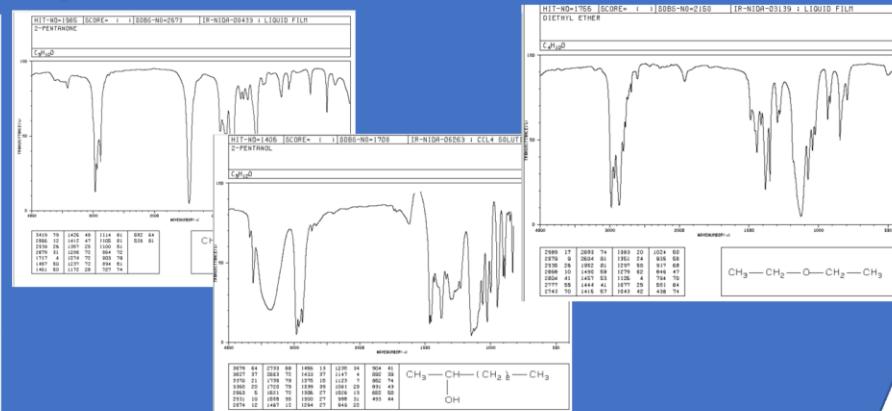


Perinteinen

Spektrikartta (valmis)



Spekrien tulkintaa



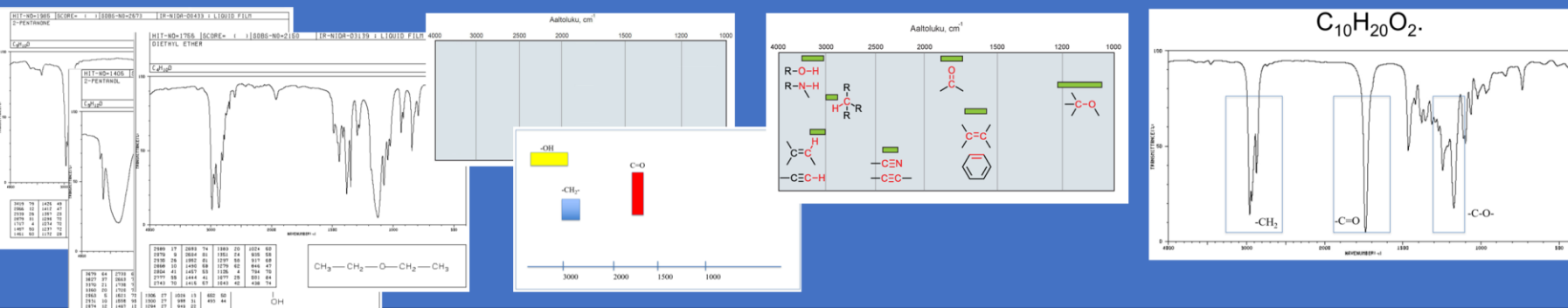
Mallintaminen

Spekrien tulkintaa Spektrikirjasto

Spektrikartta (oma)

Spektrikartta (ryhmä)

Spektrikartta (testaus)



Spektrikirjasto - tietokanta

<http://sdb.sdb.aist.go.jp>



Spectral Database for
Organic Compounds SDBS

Japanese

Introduction

Disclaimer

HELP

Contact

What's New

RIO-DB

FAQ

LINK

AIST

SDBS Compounds and Spectral Search

Compound Name:

match partial

Molecular Formula:

C, H, the other elements are alphabetical order, "%,*" for the wild card

Molecular Weight:

 to

Numbers between left and right columns Up to the first place of a decimal point

CAS Registry No.:

%,* for the wild card.

SDBS No.:

%,* for the wild card.

Atoms:

C(Carbon)

 to

H(Hydrogen)

 to

N(Nitrogen)

 to

O(Oxygen)

 to

F(Fluorine)

 to

Cl(Chlorine)

 to

Br(Bromine)

 to

I(Iodine)

 to

S(Sulfur)

 to

P(Phosphorus)

 to

Si(Silicon)

 to

Numbers between left and right columns.

Spectrum:

Check the spectra of your interest.

MS

IR

¹³C NMR

Raman

¹H NMR

ESR

IR Peaks(cm⁻¹):

 ± 10

"," or space is the separator for multiple peaks.

Use "-", to set a range.: eg. 550-750,1650 3000-

Transmittance < 80 %

¹³C NMR Shift(ppm):

 ± 2.0

"," is the separator for multiple shifts, eg. 129.3,18.4,...

No shift regions:

Range defined by two numbers separated by a space, eg. 110 78,...

¹H NMR Shift(ppm):

 ± 0.2

No shift regions:

MS Peaks and intensities:

Mass and its intensity are a set of data separated by a space, eg. 110 22,...

Haku nimellä (engl), molekyylipainolla tai eri alkuaineiden atomien lukumäärän mukaan

Search

Clear

Hit: 20hit

Sort by:

Molecular Weight

Ascending Order

Result Display type: with Structures

Spektrometria ja spektroskopia -oppimateriaali



Spektrometriaa ja spektroskopiaa lukiossa	
Tuntemattoman molekyylin määrittäminen	
Massaspektrometria	▼
Infrapunaspektroskopia (IR)	▼
NMR-spektroskopia	▼
UV-spektroskopia	▼
Tehtäviä - Tuntemattoman molekyylin määrittäminen	
Koulutuspaketti (opettajat)	
Muut analyttisen kemian menetelmät	
YO-tehtäviä	
Sivukartta	

Spektrometriaa ja spektroskopiaa lukiossa

Miksi spektroskopiaa?

Spektroskopia on nykyaikainen laboratoriomenetelmä, jolla selvitetään tuntemattomien aineiden rakenteita, tunnistetaan alkuaineita, varmistetaan reaktioiden tuotteita ja mahdollisesti analysoidaan myös tiettyjen aineiden pitoisuuksia. Spektroskopia perustuu eri aallonpituuksilla olevan säteilyn (ultravioletti, näkyvä valo, infrapuna) vastaanottamiseen tai lähettämiseen. Molekyylit, atomit tai joku rakenneosasta vastaanottaa säteilyä, esimerkiksi näkyvää valoa, ja se voidaan mitata. Tai toisessa tilanteessa molekyyli tai atomi emittoi (lähettää) absorboitun (vastaanotetun) aallonpituuden. Tämä voidaan mitata.

Spektrometriaan lasketaan em. lisäksi myös massaspektrometria, mikä perustuu sähköisesti varautuneiden hiukkasten liikkumiseen magneettikentässä.

```
graph TD; A[Analyttiset menetelmät] -- jaetaan --> B[Klassiset menetelmät]; A -- jaetaan --> C[Instrumentaaliset menetelmät]; B -- jaetaan --> D[Kvantitatiivinen analyysi]; B -- jaetaan --> E[Kvalitatiivinen analyysi]; D -- esim. --> D1[Titraus]; D -- esim. --> D2[Gravimetria]; E -- esim. --> E1[Liekkikokeet]; E -- esim. --> E2[Tunnistuskokeet]; C -- jaetaan --> F[Kromatografiset menetelmät]; C -- jaetaan --> G[Spektrometriset menetelmät]; G -- sisältää --> H[Spektroskopiset menetelmät]; G -- sisältää --> I[Massaspektrometria]; H -- esim. --> H1[AAS]; H -- esim. --> H2[UV]; H -- esim. --> H3[IR]; H -- esim. --> H4[NMR];
```

Spektroskopiaa on useita eri lajeja, jotka esitellään yksityiskohtaisemmin Orbitaali 3 (LOPS2019)-kirjan luvussa "Aineen rakenteen analyysimenetelmät"

Spektroskopian perusteet -koulutusta opettajille

Tulossa syksyille 2021:

sunnuntaina 5.9.2021 klo 10-16
ilmoittautuminen: <http://bit.ly/ChemEduKoulutus>
Hinta 100 € + alv

Päivityksiä

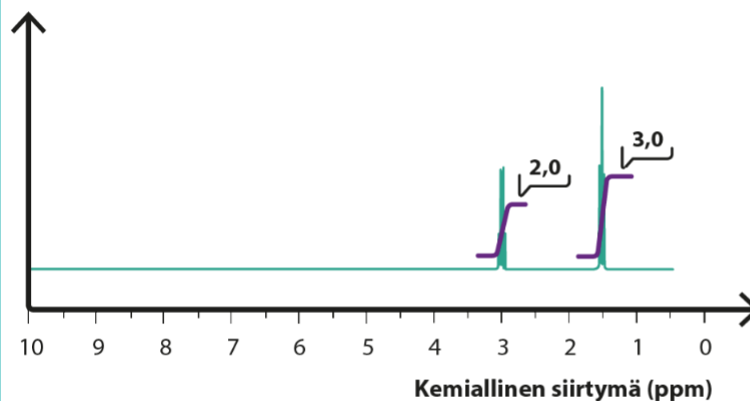
18.3.201 IR-osion 1.tehtävään lisätty amiinien ja esterien spektrejä

Esimerkki tehtäviä?

Tutustu oman oppikirjan mukaisiin tehtäviin

7.6 Yhdisteen tunnistaminen $^1\text{H-NMR}$ -spektristä

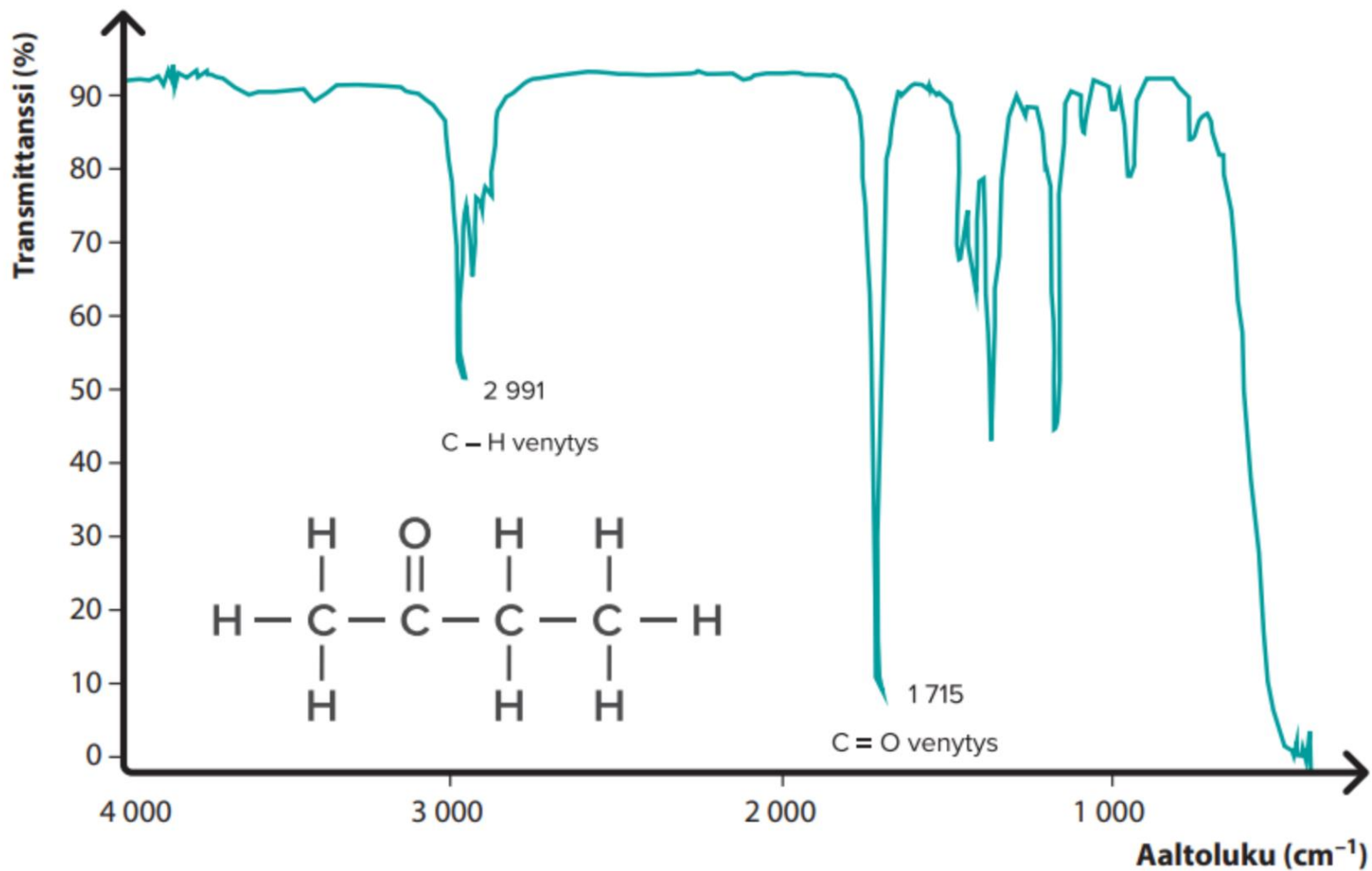
Alla on esitetty neljän yhdisteen rakennekaavat ja yhden yhdisteen $^1\text{H-NMR}$ -spektri. Minkä yhdisteen spektristä on kyse?



- A** $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$
- B** $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$
- C** $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CHO}$
- D** $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_3$

MOOLI 3

Mooli 3 - IR



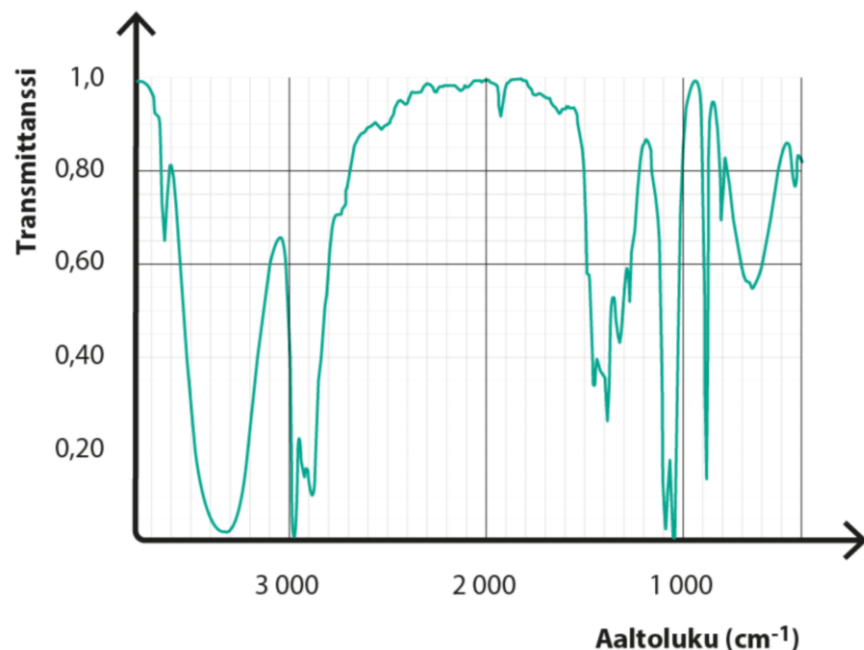


Tehtävä 7.4 Rakennesisomeerien tunnistus IR-spektristä

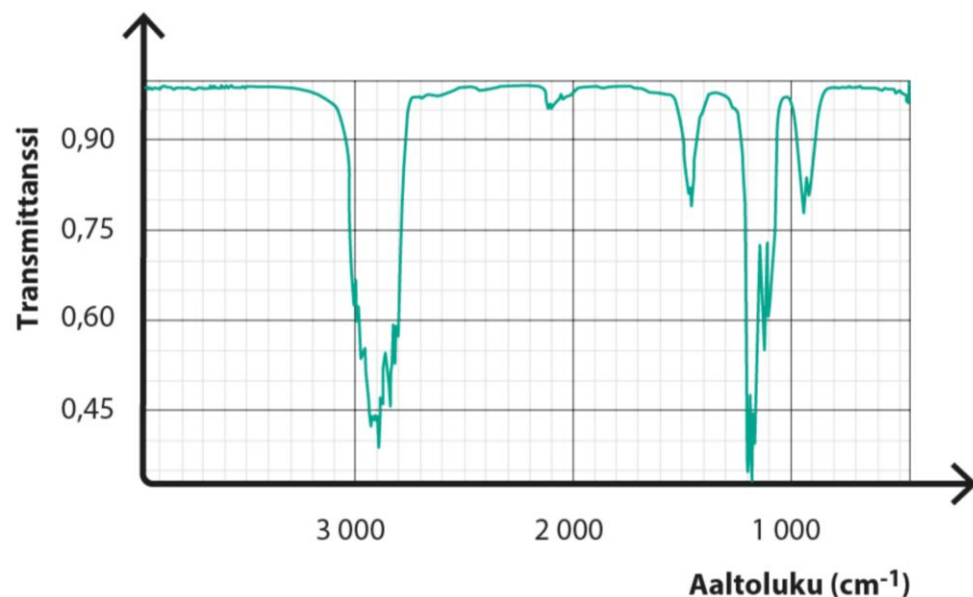
Alla on esitetty dimetyylieetterin ja etanolin IR-spektrit.

Kumpi spektri on dimetyylieetterin ja kumpi etanolin?

Perustele vastauksesi. Käytä apuna MAOL-taulukkoa.

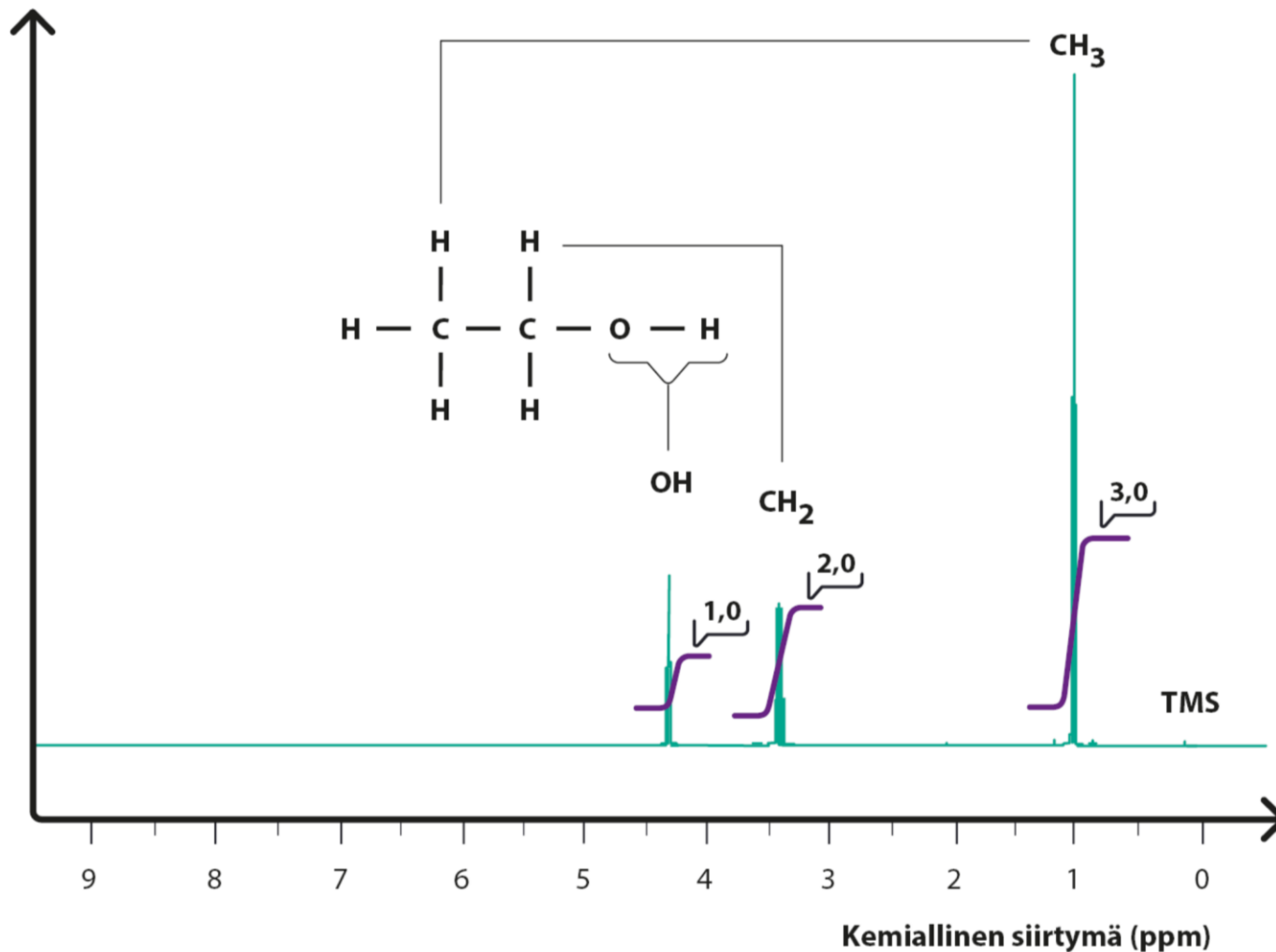


Lähde: NIST Chemistry WebBook



Lähde: NIST Chemistry WebBook

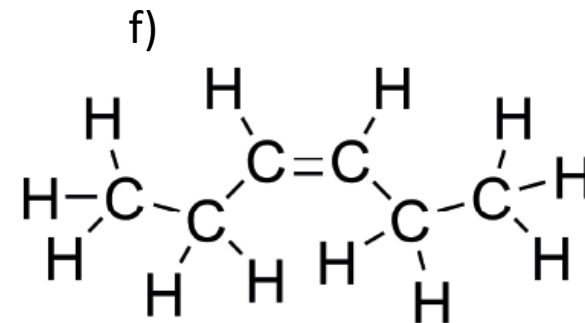
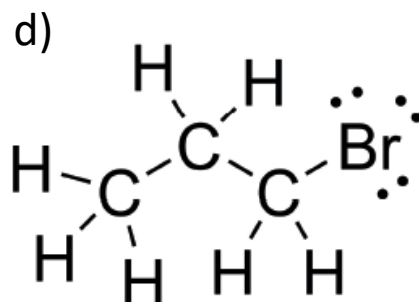
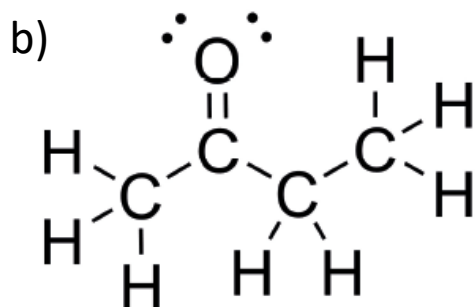
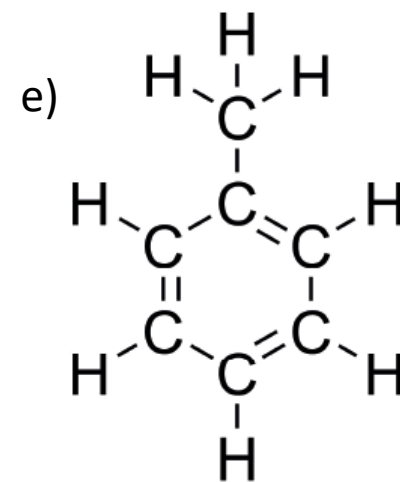
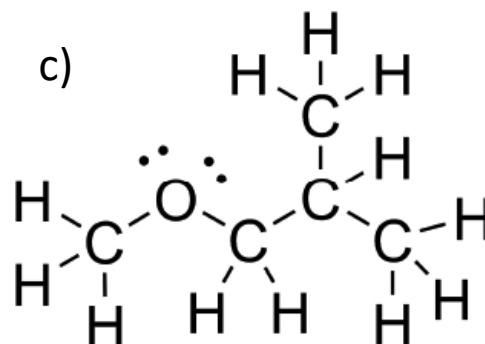
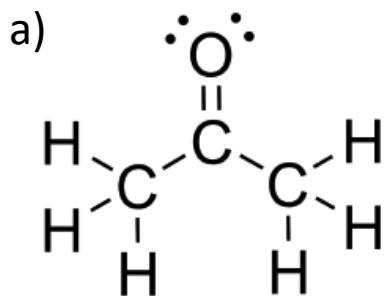
Mooli 3 - NMR

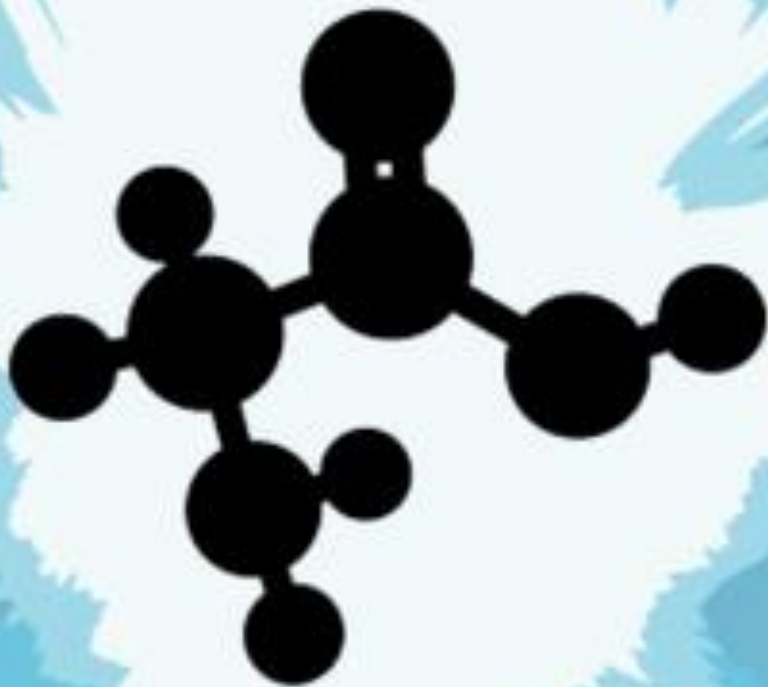


Tehtäviä Mooli 3:sta



7.5. $^1\text{H-NMR}$ -spektrin piikkiryhmien lukumäärä
Kuinka monta erilaista vetyatomia on seuraavissa
molekyyleissä, eli kuinka monta erilaista piikkiryhmää $^1\text{H-NMR}$ -
spektrissä havaitaan?





What's that
molecule?

Tuntemattoman aineen / molekyylin
määrittäminen -lähestymistapana

Kaapissa on vanha lääkepakkaus, josta viimeinen käyttöpäivä ei käy enää selville. Onko se edelleen käyttökelpoinen?



SEOKSEN (TABLETIN TUTKIMINEN)

- Lääkepakkauksesta lukemalla, jos ei näy, lääkkeen nimellä
- Miten se vaikuttava aine erotetaan (erotusmenetelmät) muusta aineesta (sidosaineita, säilyvyyteen liittyviä aineita)
- Vesipitoisuus, miten säilyy? Miten säilytetty? Onko oikein säilytetty?
- Pinnoitusaine ja otetaan se pois

PUHTAAN AINEEN TUTKIMINEN

- IR-spektrin ja katsotaan onko oikeaa kamaa
- Mitä vaikuttavia aineita siellä on ja mitä ominaisuuksia niillä on?
- Reagoiko edelleen samalla tavalla kun oletettu?

ONKO VAIKUTTAVA AINE ENÄÄ SAMA

- Onko lääke enää hyväksytyjen listalla?

Tuntemattoman molekyylin analyysin vaiheet



1. Esim. polttoanalyysillä määritetään **empiirinen kaava** – saamme eri alkuaineinen keskinäisen suhteen selvillä
2. Haetaan **moolimassan antavaa tietoa, massaspektriä**, kaasuyhtälön kautta (paineen, tilavuuden ja ainemäärän keskinäinen riippuvuus), tms. → Molekyylikaavan määrittäminen
3. Haetaan **rakenteeseen liittyvää informaatiota, IR-spektriä**, tunnistusreaktioita, tms.
4. **Mallinnetaan 3D-ohjelmalla** (huomioi mahdolliset isomeriat)

Empiirinen kaava, molekyylikaava, rakennekaava



Empiirinen kaava (suhdekaava) ilmoittaa, missä suhteessa yhdiste sisältää eri alkuaineiden atomeja

Molekyylikaava ilmoittaa, monta alkuaineen atomia on yhdisteen molekyylissä

Rakennekaava ilmoittaa molekyylissä olevien atomien keskinäisen sijainnin

- Tiivistetty rakennekaava, Viivakaava

Empiirinen, molekyyli- ja rakennekaavat



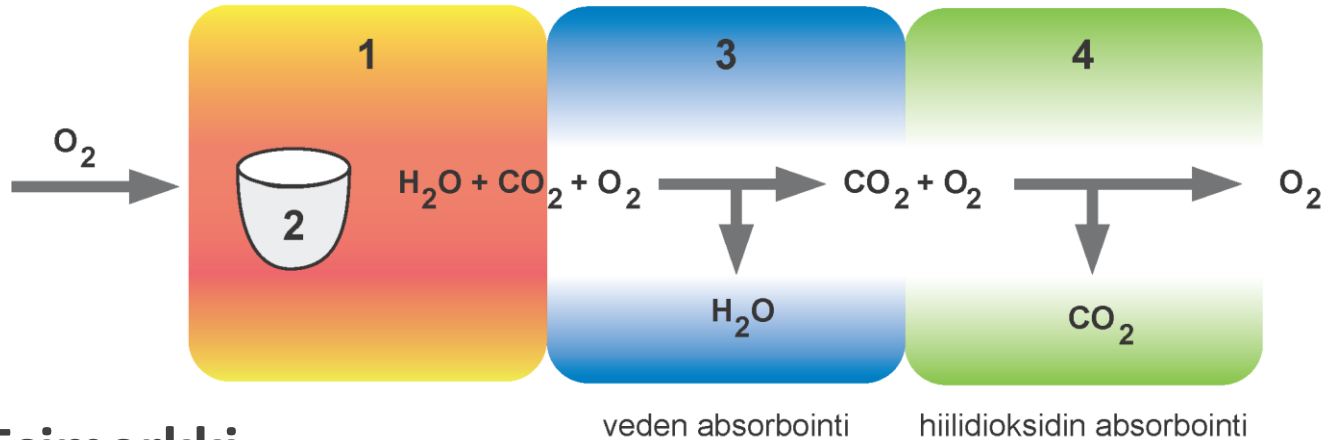
	empiirinen kaava	molekyylikaava	rakennekaava
etaani	CH ₃	C ₂ H ₆	$ \begin{array}{c} \text{H} & & \text{H} \\ & & \\ \text{H}-\text{C} & - & \text{C}-\text{H} \\ & & \\ \text{H} & & \text{H} \end{array} $
eteeni	CH ₂	C ₂ H ₄	$ \begin{array}{c} \text{H} & & \text{H} \\ & \backslash & / \\ & \text{C} = \text{C} \\ & / & \backslash \\ \text{H} & & \text{H} \end{array} $
etyyni	CH	C ₂ H ₂	$\text{H}-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$
	empiirinen kaava	molekyylikaava	rakennekaava
heksaani	C ₃ H ₇	C ₆ H ₁₄	$ \begin{array}{cccccc} \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} \\ & & & & & \\ \text{H}-\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C}-\text{H} \\ & & & & & \\ \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} \end{array} $
1-buteeni	CH ₂	C ₄ H ₈	$ \begin{array}{cccc} \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} \\ & \backslash & / & \\ & \text{C} = \text{C} & -\text{C} & -\text{C}-\text{H} \\ & / & & \\ \text{H} & & \text{H} & \text{H} \end{array} $
1-oktyyni	C ₄ H ₇	C ₈ H ₁₄	$ \begin{array}{cccccc} \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} \\ & & & & & \\ \text{H}-\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C}-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H} \\ & & & & & \\ \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} \end{array} $

Polttoanalyysi



Polttoanalyysi

(empiirisen kaavan määrittäminen)



Esimerkki

- Chilipippurin tulisuuden aiheuttava yhdiste sisältää 70,78 g C; 4,59 g N; 8,91 g H ja 15,72 g O. Mikä on yhdisteen empiirinen kaava?

Ratkaisu

- Lasketaan ainemäärät
- Lasketaan ainemääräsuhteet
- Jaetaan pienimmällä ainemäärällä (ko. aineen ainemäärä silloin 1)
- Pyöristetään ainemääräsuhteet kokonaisluvuiksi

Tehtäviä – Määritä empiirinen kaava



1.tehtävä: C 60,98%, H 11,94%, O 27,08%

2.tehtävä: C 45,70%, H 10,35%, N 13,32%, O 30,43%

3.tehtävä: C 60,00%, H 4,48%, O 35,52%

4.tehtävä: C 63,58%, H 4,67%, O 31,76%

Suhteellinen atomimassa
"moolimassa"

6	7	8	9
C	N	O	F
Hiili	Typpi	Happi	F
12,011	14,007	15,999	1
11	15	16	19

Ratkaisu

1. Lasketaan alkuaineen massa
2. Lasketaan ainemäärät (moolimassan avulla)
3. Lasketaan ainemääräsuhteet
4. Jaetaan pienimmällä ainemäärällä (ko. aineen ainemäärä silloin 1)
5. Pyöristetään ainemääräsuhteet kokonaisluvuiksi

Tehtäviä – Määritä empiirinen kaava (ratkaisut)



1.tehtävä: C 60,98%, H 11,94%, O 27,08%

2.tehtävä: C 45,70%, H 10,35%, N 13,32%, O 30,43%

3.tehtävä: C 60,00%, H 4,48%, O 35,52%

4.tehtävä: C 63,58%, H 4,67%, O 31,76%

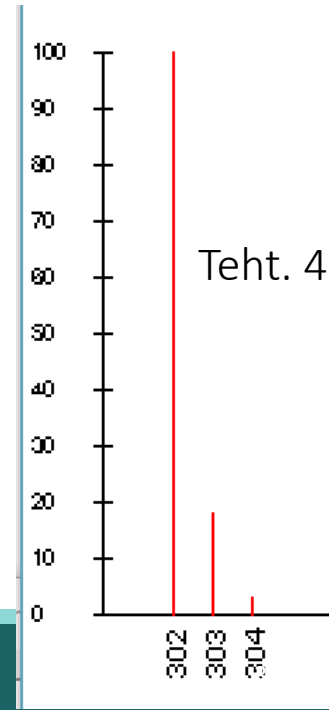
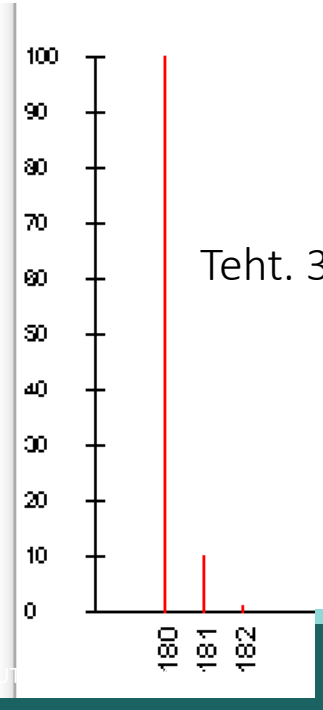
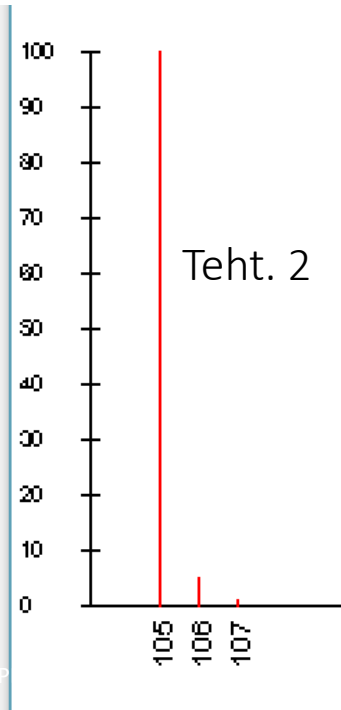
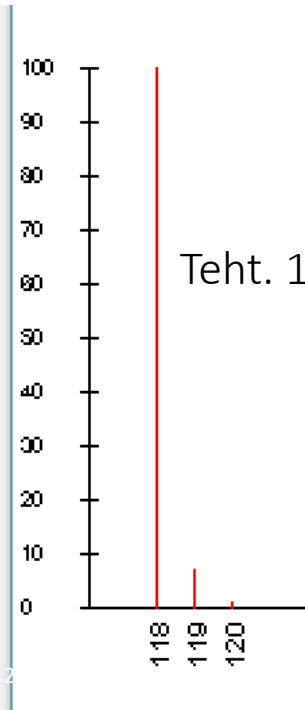


1.tehtävä: C_3H_7O

2.tehtävä: $C_4H_{11}NO_2$

3.tehtävä: $C_9H_8O_4$

4.tehtävä: $C_8H_7O_3$



Aiempiä yo-tehtäviä polttoanalyysin tuloksiin liittyen

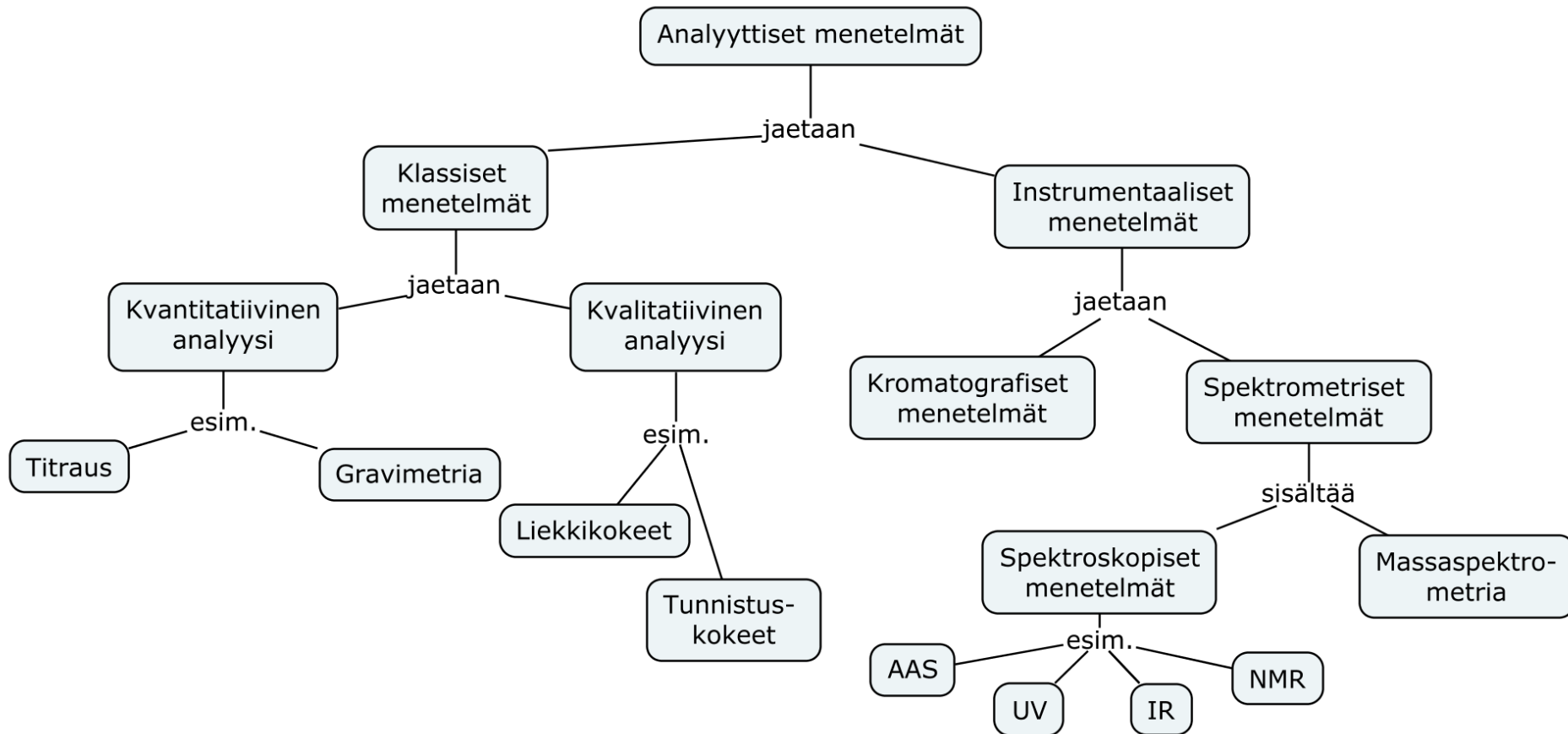


- k09_6 polttoanalyysi
- k10_8 polttoanalyysi
- k12_11 tuntematon molekyyli
- k14_3 polttoanalyysi



Erilaisten spektrometristen ja spektroskooppisten menetelmät perusteet

Spektrometria ja spektroskopia



Spektroskopia ja aallonpituus



TECHNIQUE	RADIATION		WHAT CAN IT SEE?
Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectroscopy	Radio waves (10 ⁻³ m)	<p>Electrons flipping magnetic spin</p>	How neighbouring atoms of certain nuclei (e.g. ¹ H, ¹³ C, ¹⁹ F, ³¹ P) in a molecule are connected together, as well as how many atoms of these type are present in different locations in the molecule.
Infra-red spectroscopy	Infra-red (10 ⁻⁵ m)	<p>NOTE Molecule vibrations</p>	The functional groups which are present in a molecule.
UV-visible spectroscopy	Ultra-violet (10 ⁻⁸ m)	<p>NOTE Electrons promoted to higher energy state</p>	Conjugated systems (i.e. alternating single and double bonds) in organic molecules as well as the metal-ligand interactions in transition metal complexes.
X-ray crystallography	X-rays (10 ⁻¹⁰ m)		How all the atoms in a molecule are connected in a three-dimensional arrangement.



Spektroskopisista menetelmistä lyhyesti



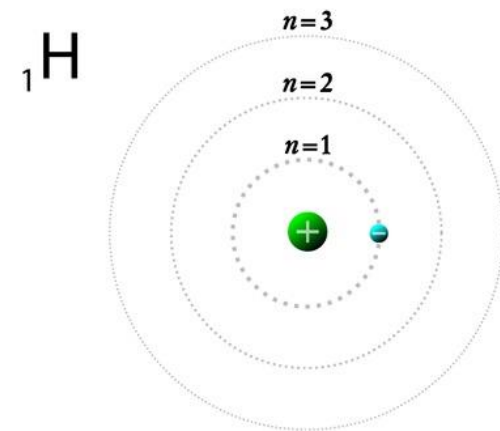
Atomimallit ja spektroskopia

Mallien tehtävänä on yrittää selittää ilmiöitä ja maailmaa

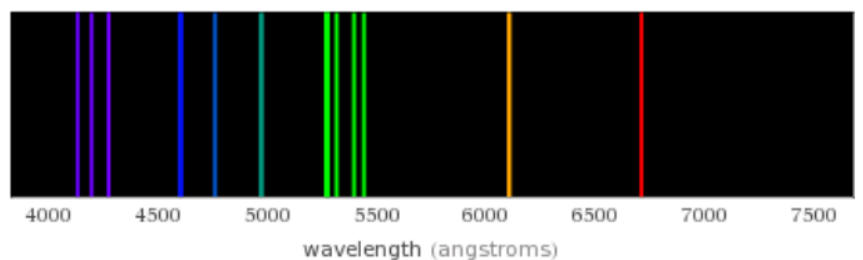
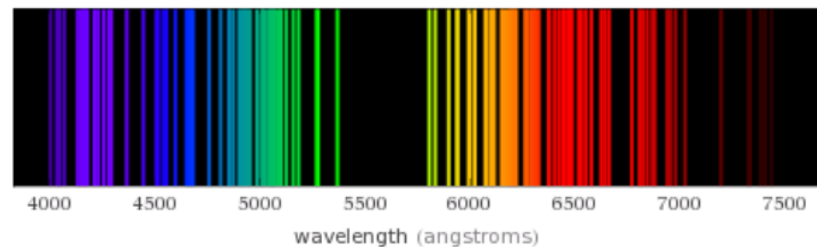
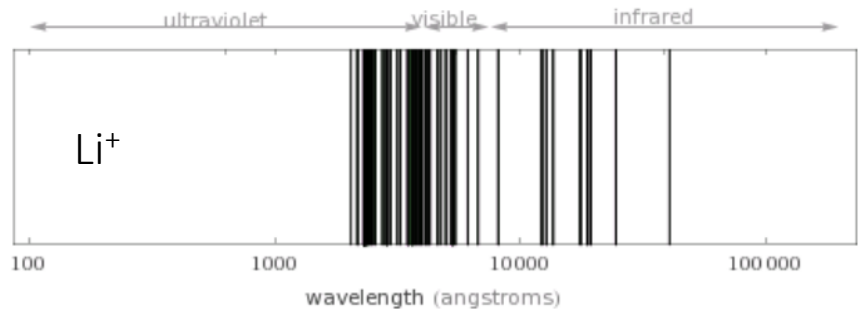
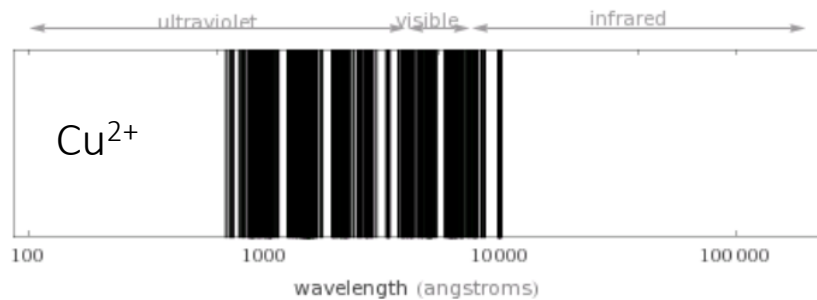
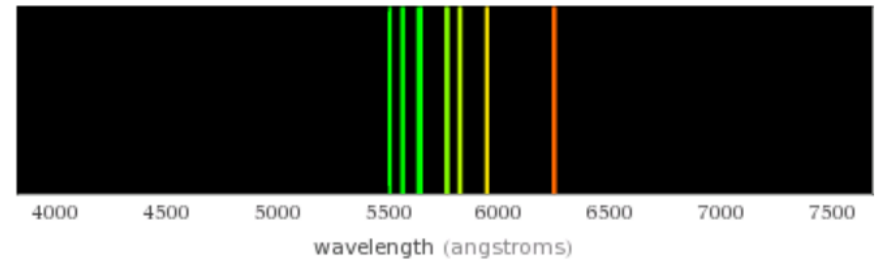
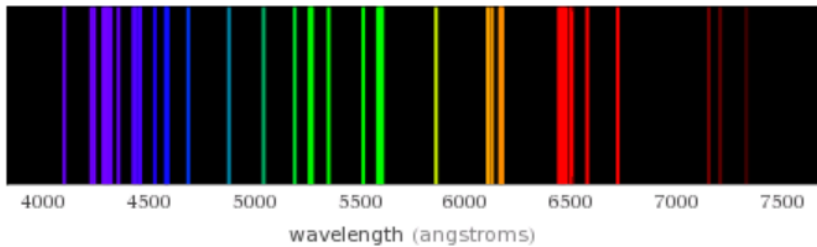
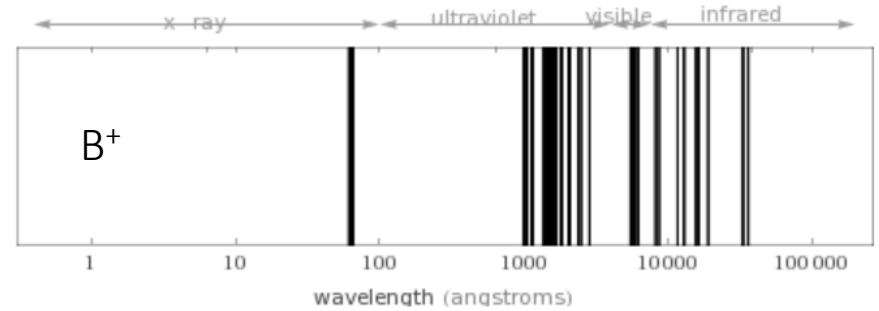
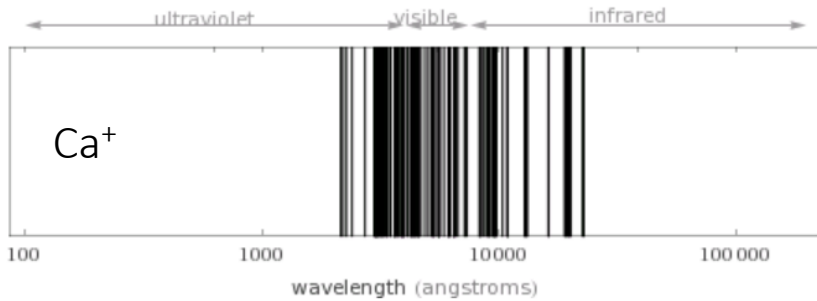
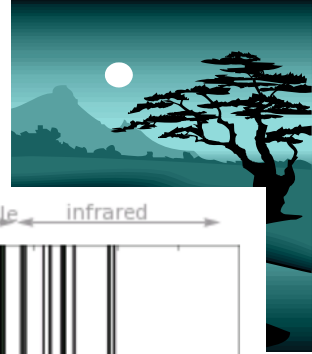
Jos mallin ei selitä jotain, sitä korjataan tai se korvataan uudella

Esim. **Bohrin malli** selitti hyvin vedyn spektrin, mutta **ei enää oikein muiden alkuaineiden spektrejä** → kvanttimekaaninen malli

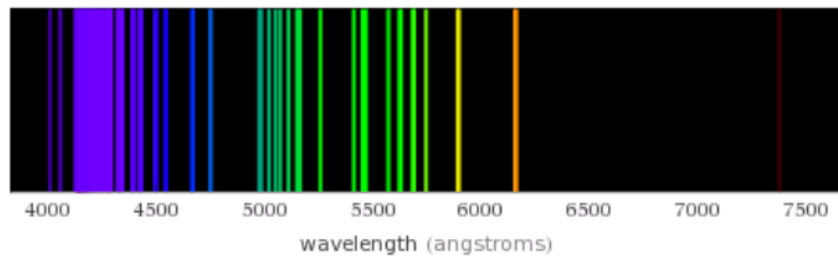
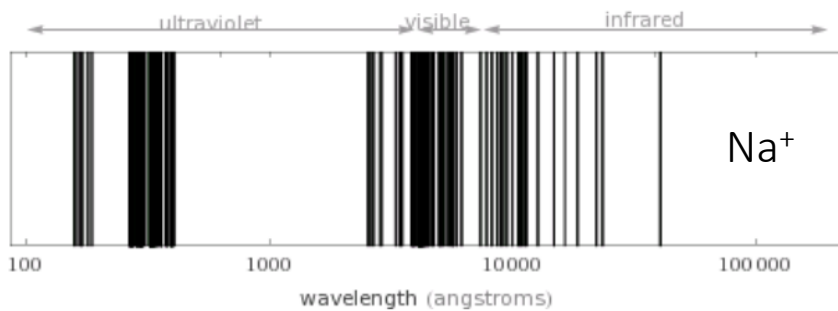
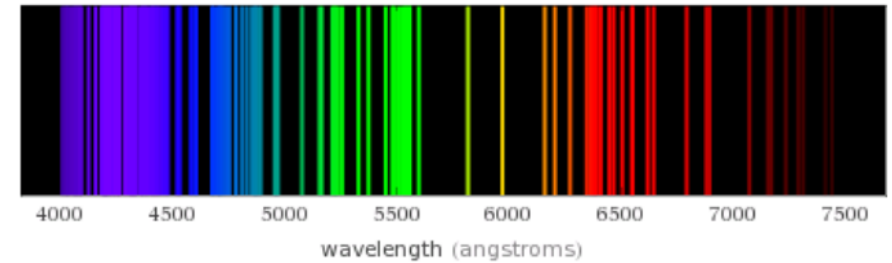
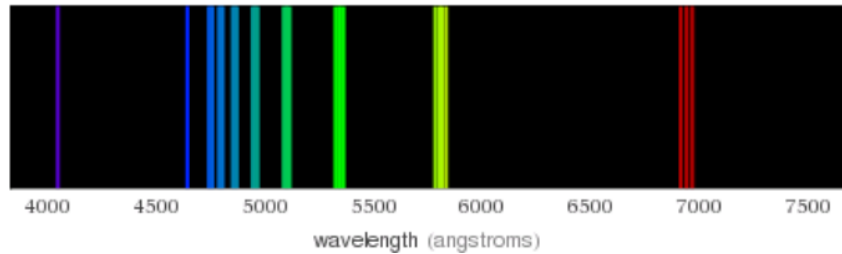
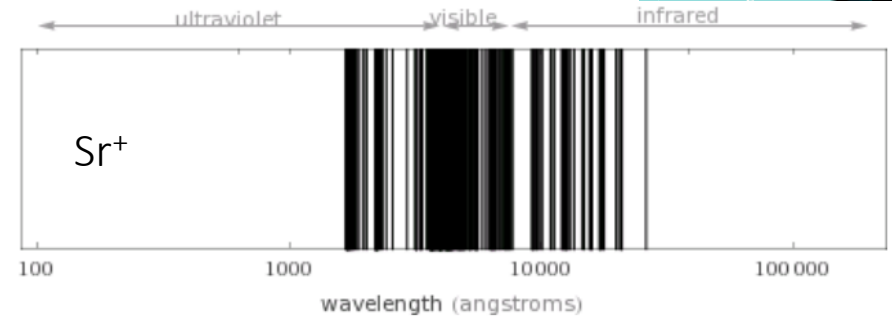
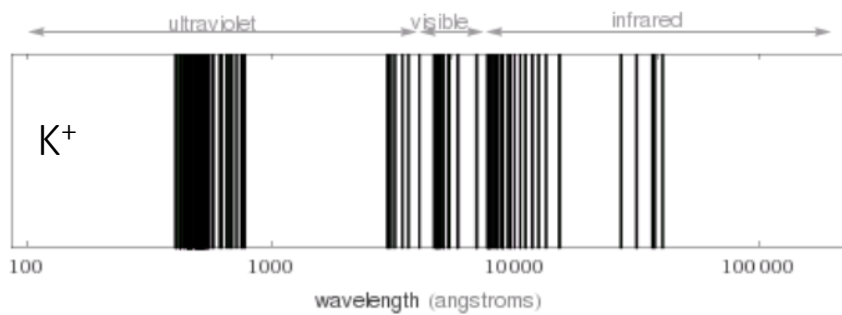
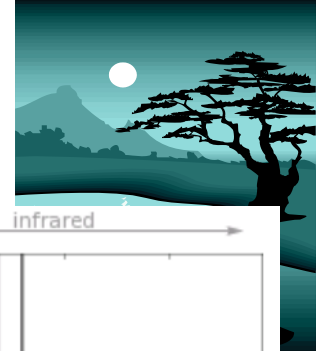
Spektrien käyttö tähtien ja planeettojen alkuainekoostumuksen määrittämisessä ([linkki artikkeliin](#))



Metallien spektrejä 1/2

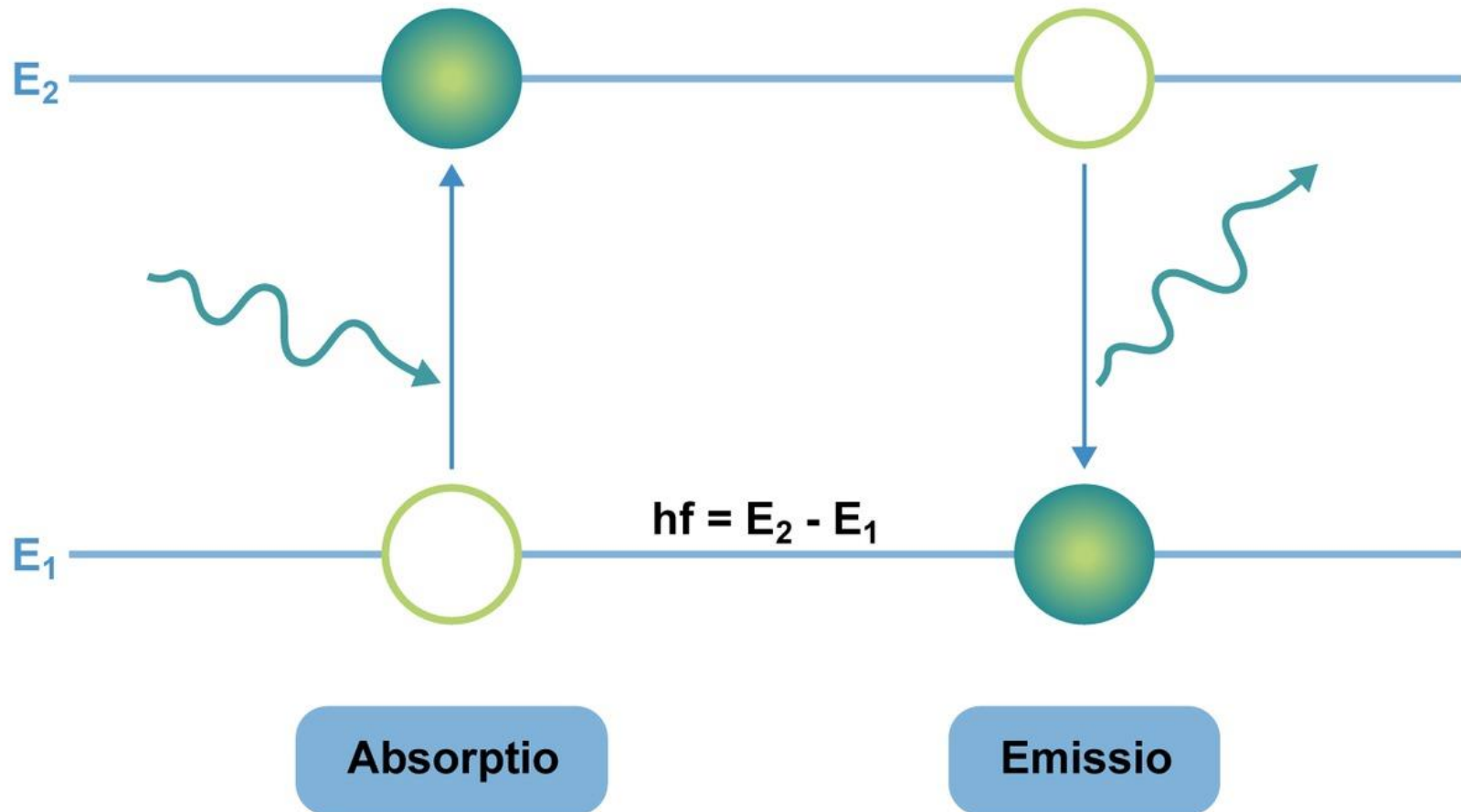


Metallien spektrejä 2/2



Wolfram Alpha, haku cu atomic spectral lines

Absortio ja emissio - virittyminen



DEMO: Liekkireaktiot



K



Li



Ca

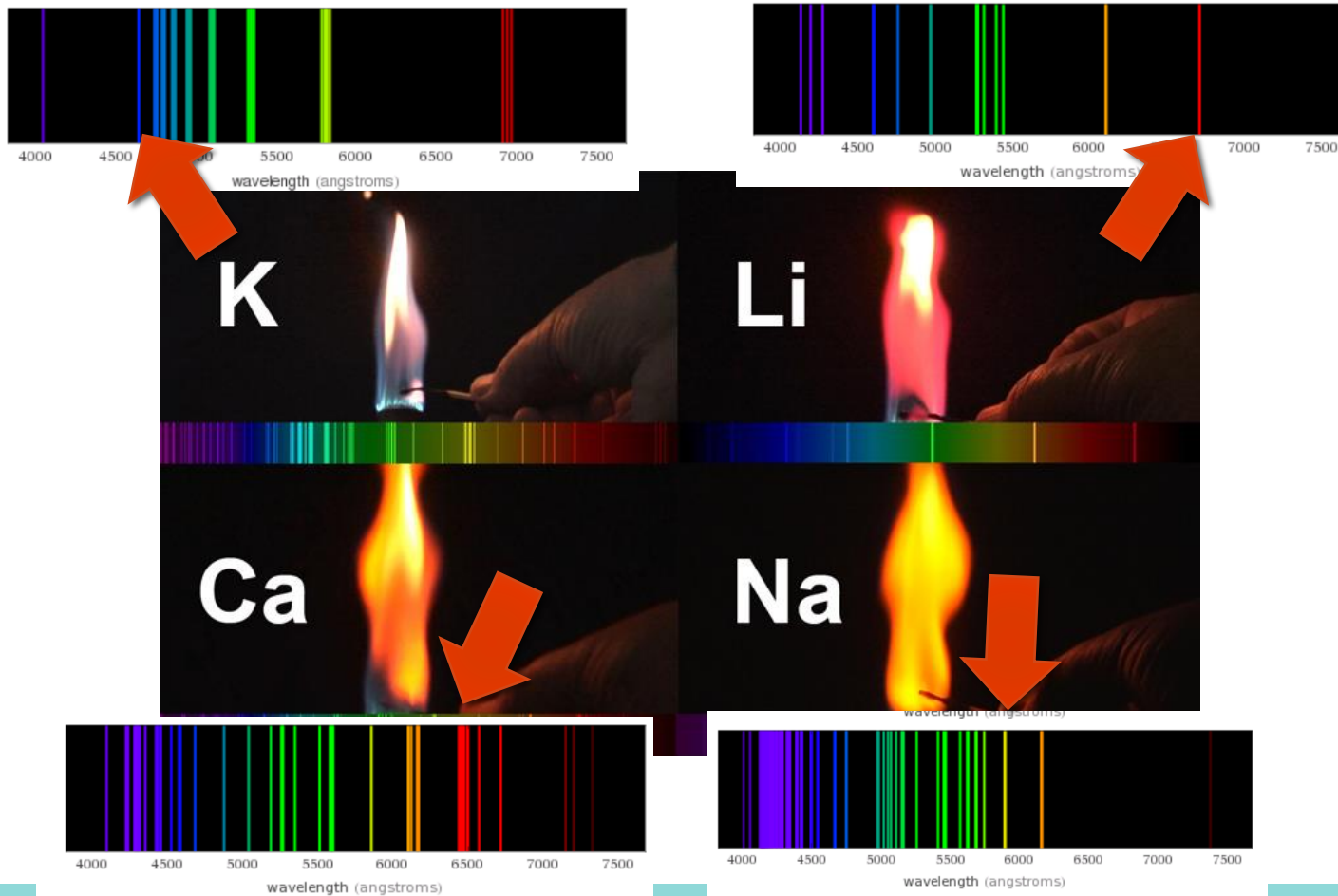


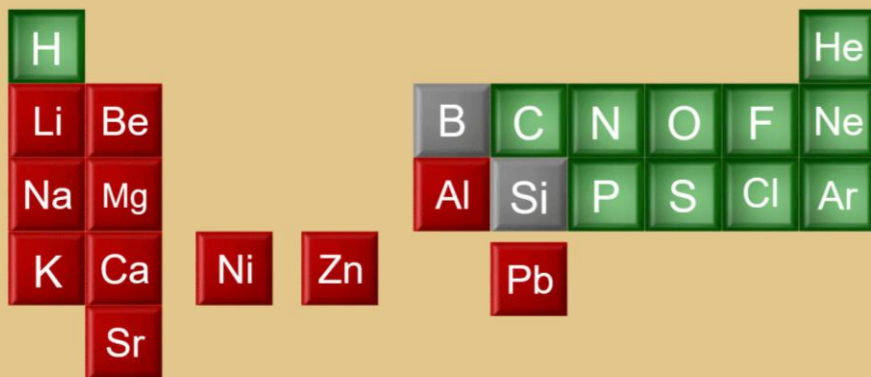
Na



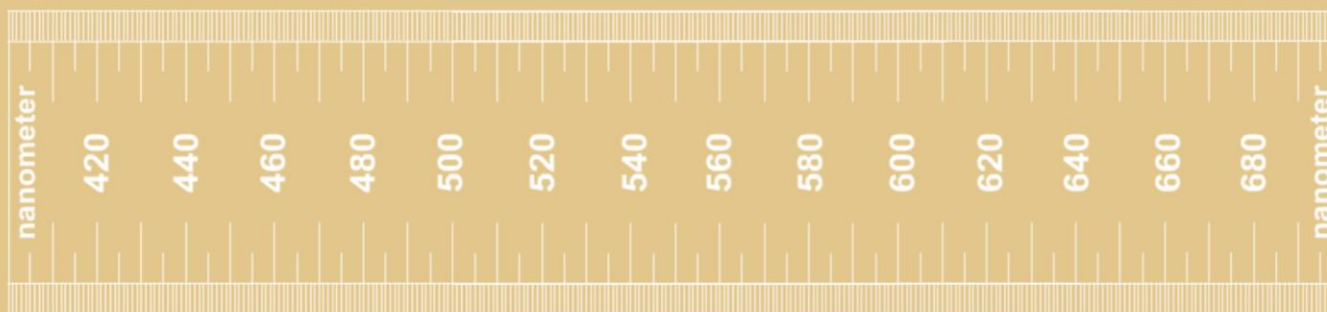
Tehtävä: Spektri vs. liekkireaktiot

<http://www.wolframalpha.com/> (kirjoita visible spectra + alkuaineen kemiallinen merkki)





Main Emission Lines (nm)
Hydrogen
**656.3, 486.1, 434.0,
410.2**



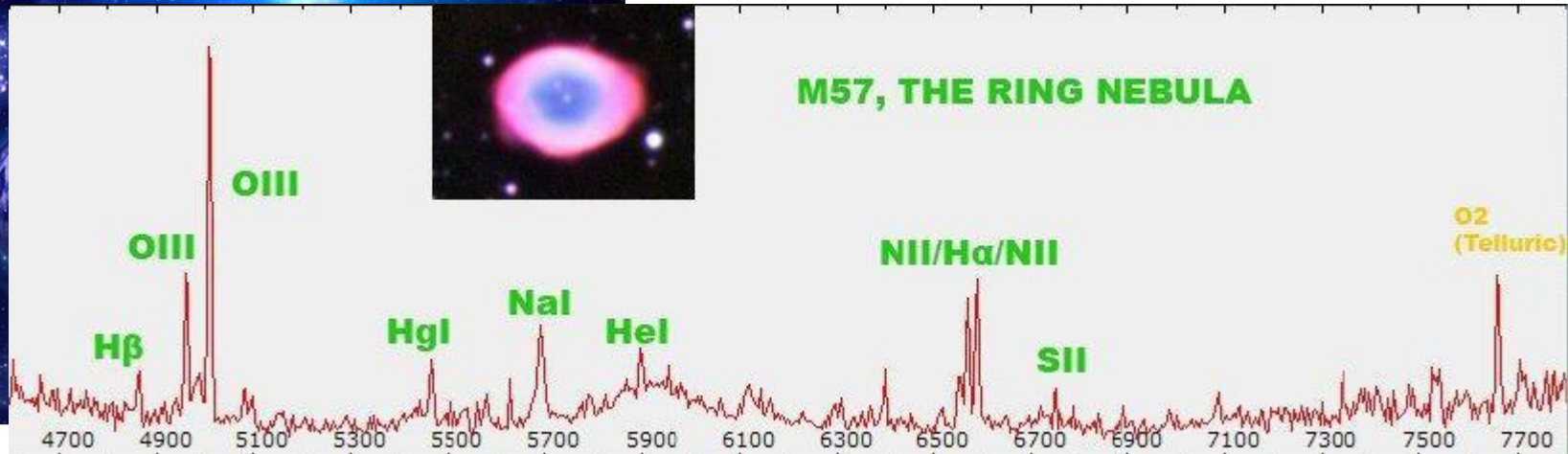
Avaruusfysikot löysivät todisteta – outo Przybylskin tähti saattaa sisältää superraskaita alkuaineita, joita ei tunneta mistään muualta maailmankaikkeudesta

Sofia Virtanen 25.3.2017 15:02

Kolme avaruusfysikkoa on löytänyt mahdollisia todisteita aiemmin tuntemattomien superraskaiden alkuaineiden esiintymispaikasta.



Astrokemiaa

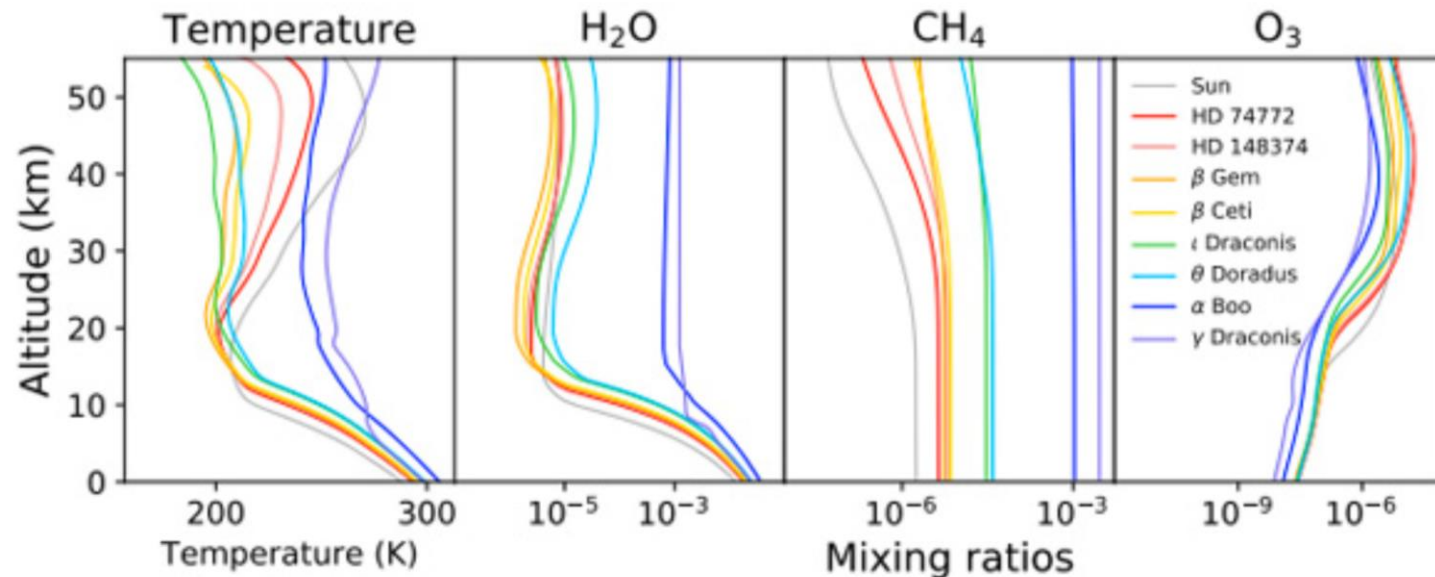




Astrokemiaa

High resolution Spectra of Earth-Like Planets Orbiting Red Giant Host Stars

Press Release - Source: astro-ph.EP Posted January 6, 2020 9:54 AM [0 Comments](#)



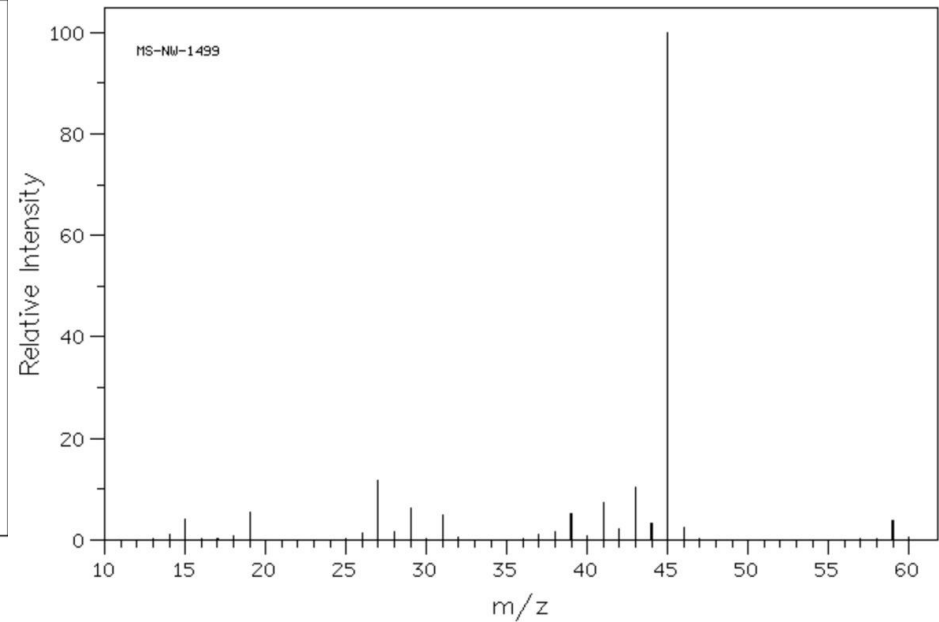
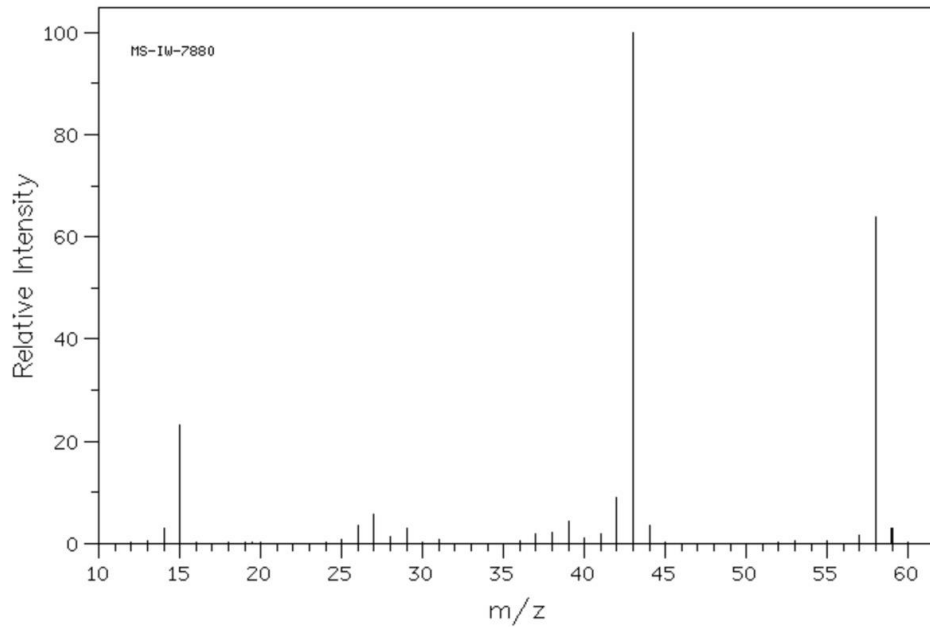
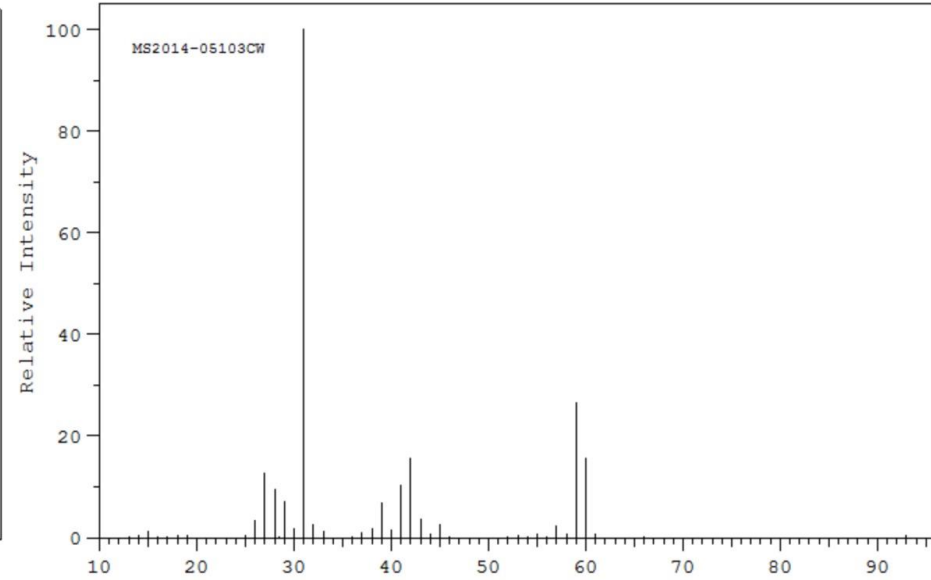
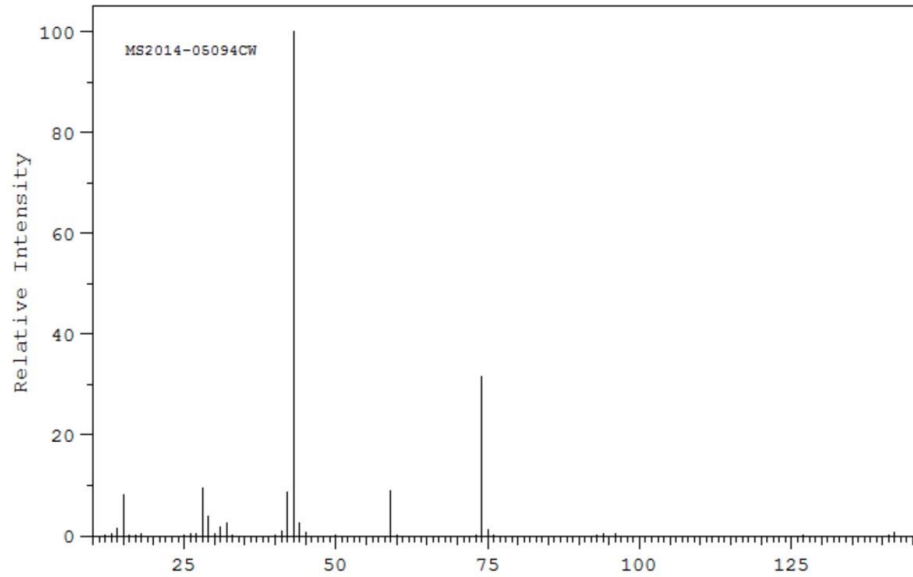
Temperature and chemical profiles for Earth-like planet models orbiting red giants with surface temperature between 5200 and 3600 K at the 1 AU equivalent distance (Kozakis & Kaltenegger 2019). RGs are ordered from hottest to coolest in the legend.



Massaspektrometria

MS:n perusteita (engl.): <https://youtu.be/RZLew6Ff-JE> (7:58)

Tehtäviä



Eri massaspektrejä – C₆H₁₂O – 100 g/mol



SDBS-Mass

MS-NW-1225
3-hexanone

SDBS NO. 4760

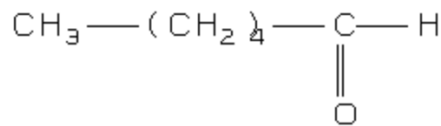
Parent ion: 100)

SDBS-Mass

MS-NW-0941

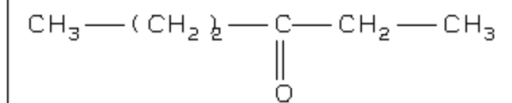
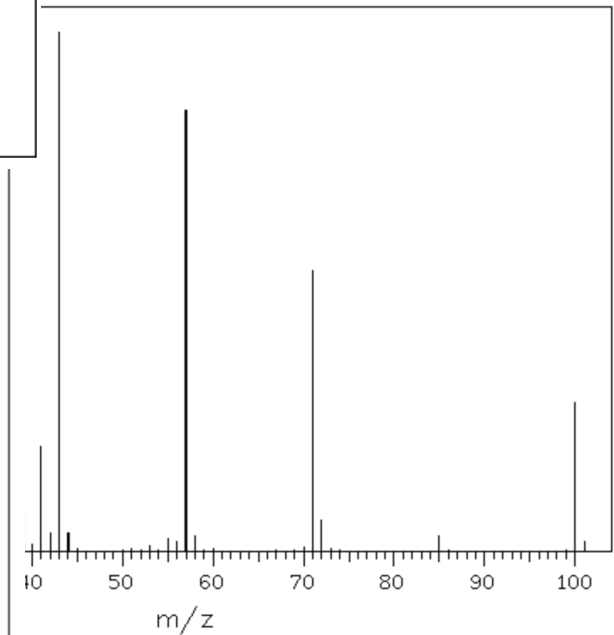
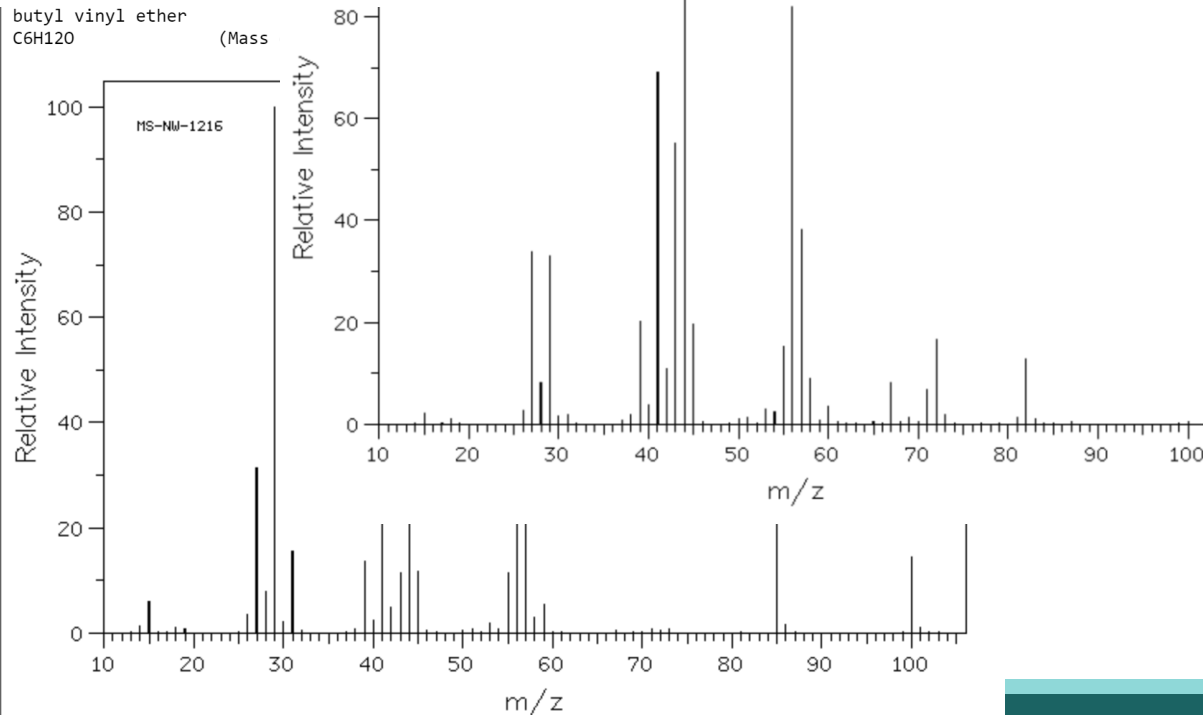
SDBS NO. 1937

molecular



butyl vinyl ether
C₆H₁₂O

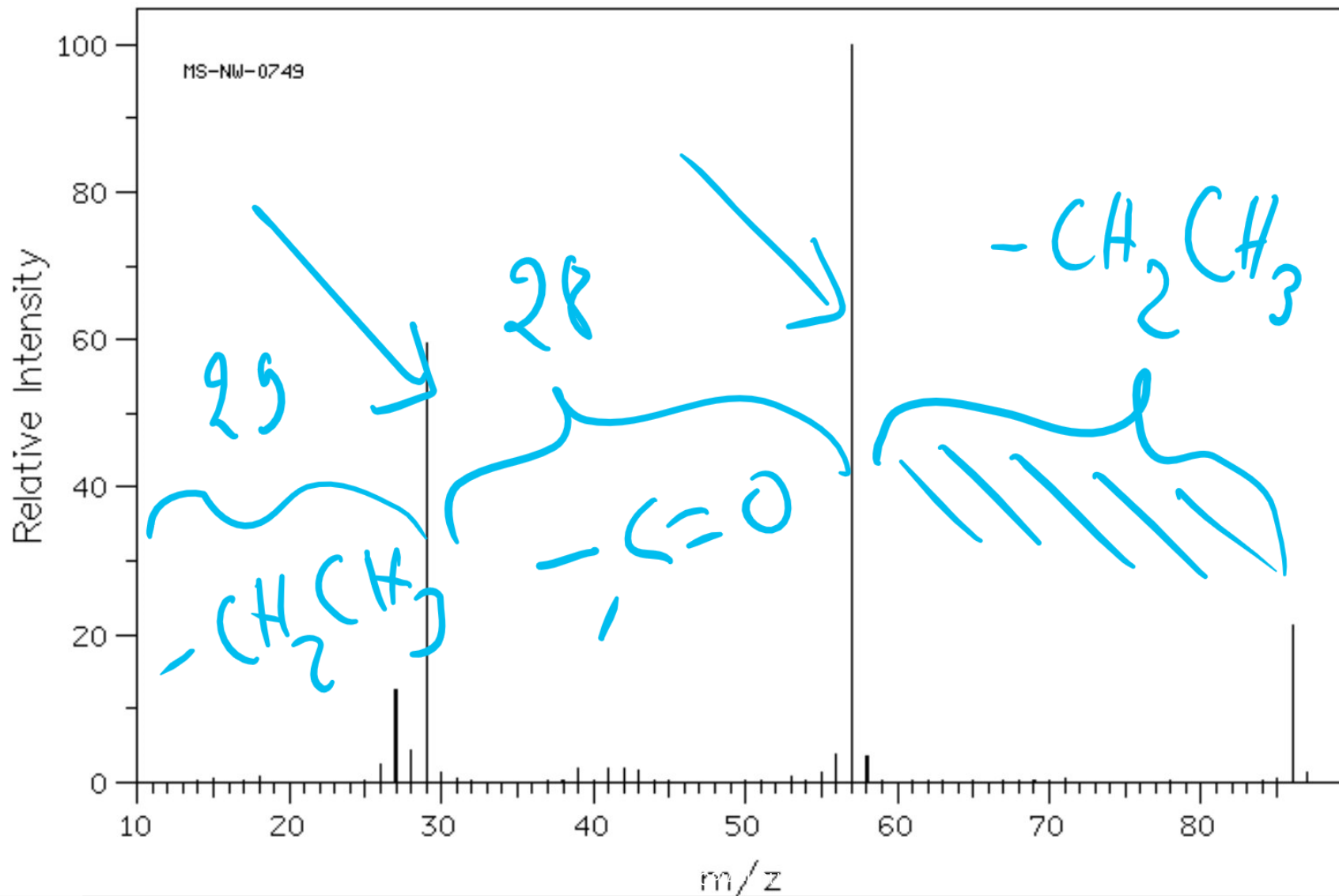
(Mass



SDBS-Mass

MS-NW-0749
3-pentanone
C₅H₁₀O

SDBS NO. 529
(Mass of molecular ion: 86)

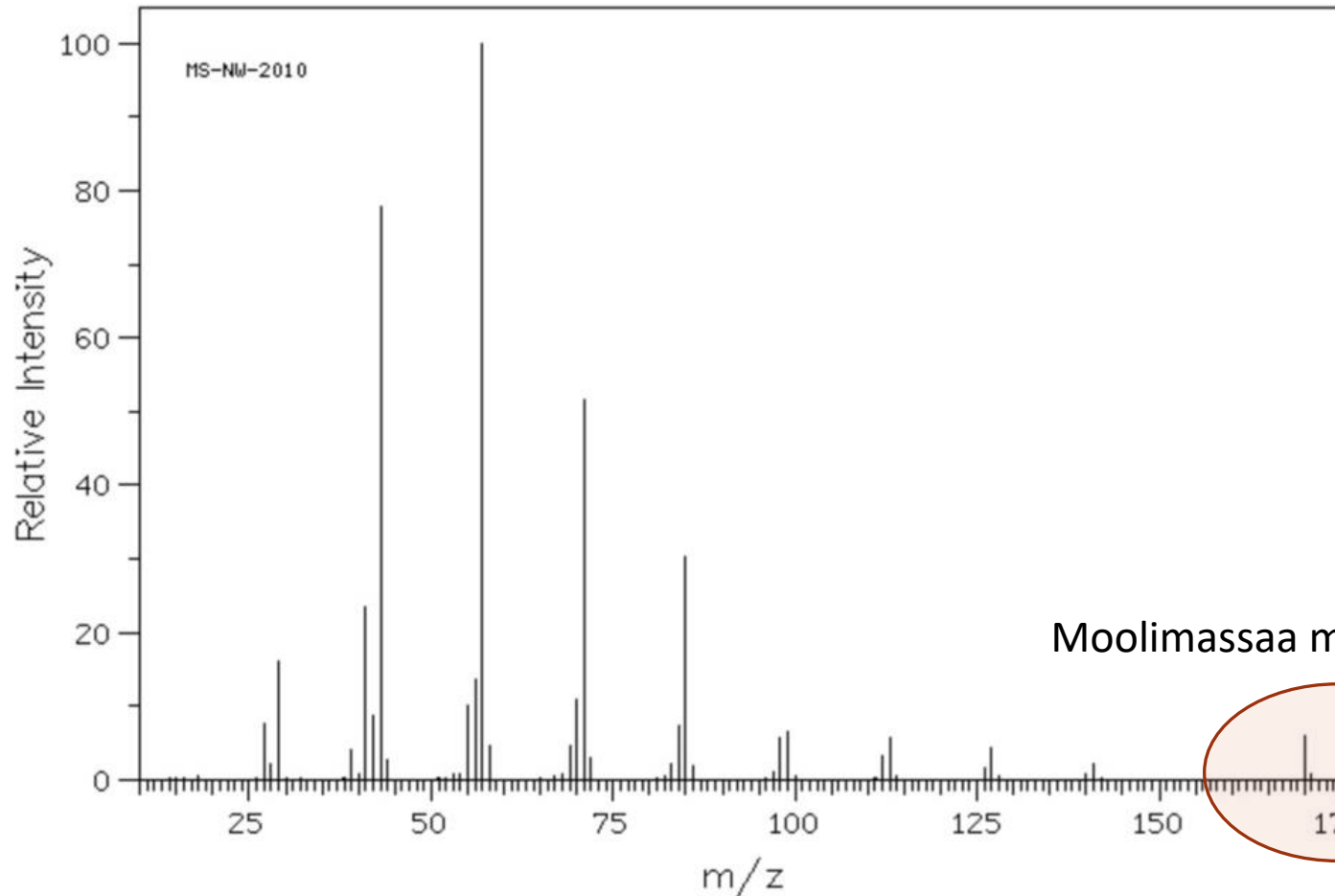


Massaspektrin tulkintaa



nonane
C₉H₂₀

(Mass of molecular ion: 126)



Moolimassaa määrittävä piikki?

Molecular weight: 118,176

Exact molecular weight: 118,099379691

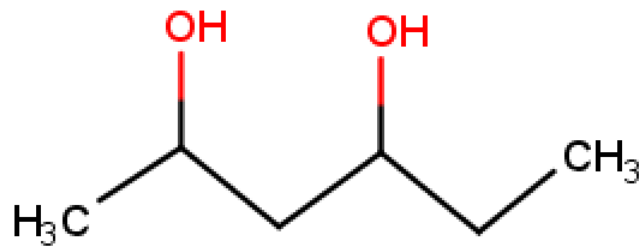
Formula: $C_6H_{14}O_2$

Composition: C (60,98%), H (11,94%), O (27,08%)

Atom count: 22

Mass spectrum [m/z: relative abundance]:

118: 1.00 119: 0.07 120: 0.01

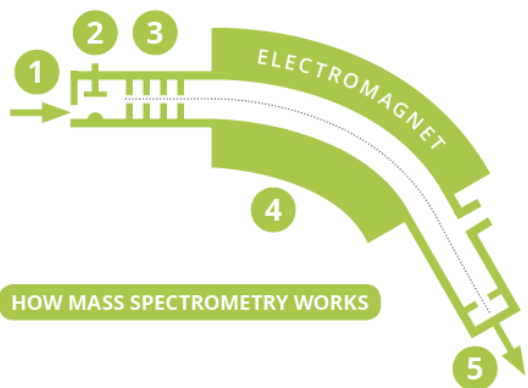


MarvinSketch ja massaspektrit

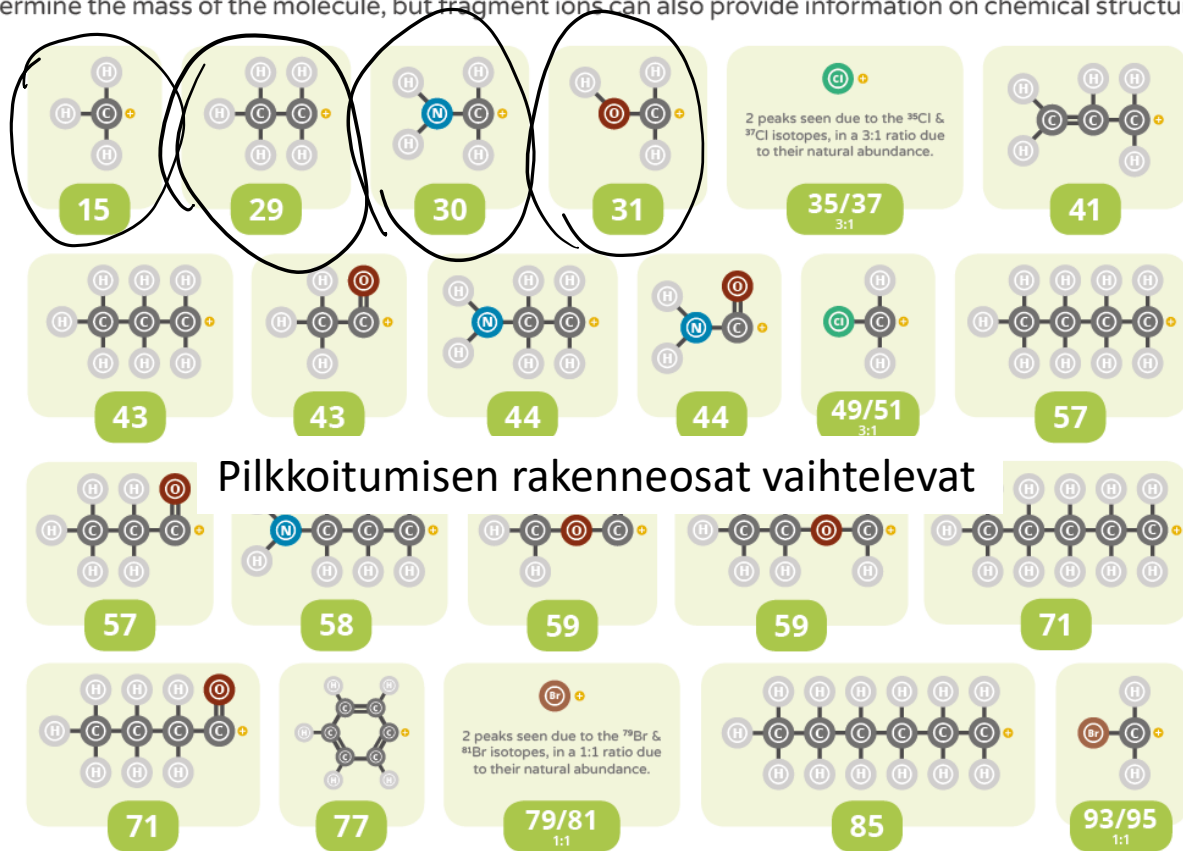
Pelkästään molekyyli-ionin piikki ja isotooppiipiikit

A GUIDE TO INTERPRETING MASS SPECTRA

Mass spectrometry is an analytical technique that allows us to measure the masses of atoms and molecules. The most important peak in a mass spectrum is the molecular ion peak, which can be used to determine the mass of the molecule, but fragment ions can also provide information on chemical structure.



- 1** The sample is introduced to the mass spectrometer. Only very small samples are required. A heater is often present to vapourise the sample.
- 2** An electron gun ionises molecules in the sample by knocking out electrons, producing positive ions. Some molecules break into smaller ions & fragments.
- 3** The positive ions generated are passed through an electric field which accelerates them into a magnetic field generated by an electromagnet.
- 4** As the positive ions pass through the magnetic field, they are deflected. Lighter ions are deflected more than heavier ions, as are those with higher charges.
- 5** The positive ions hit a charged plate & accept electrons, creating a signal. The more ions that hit, the greater the signal. The output is a complex stick diagram.

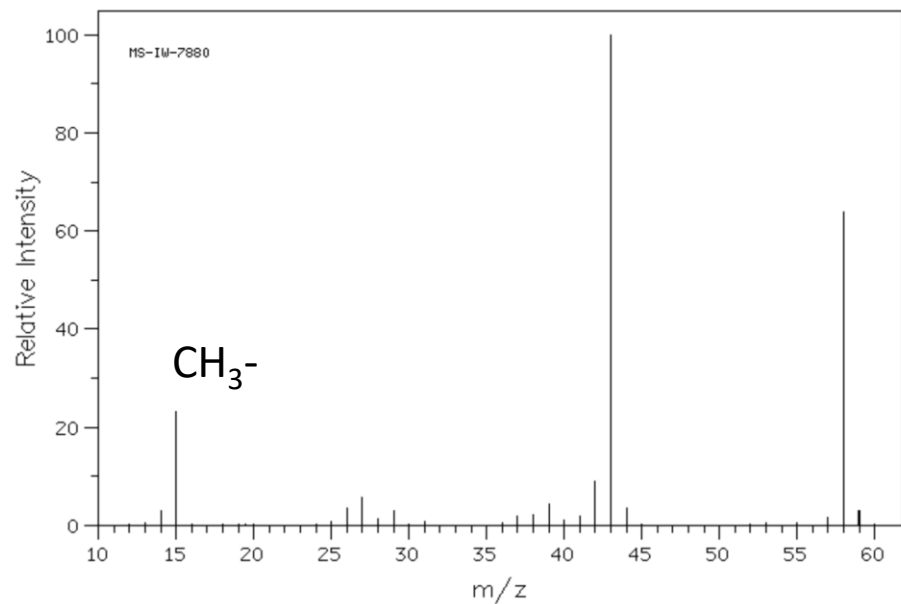


Pilkkoitumisen rakenneosat vaihtelevat

Above are shown a selection of common fragment ions seen in mass spectra, along with their masses. Note that the structures shown are general representations, and it can also be possible for isomeric structures (those with the same constituent atoms, but a different structure) to cause the peaks in spectra. There are also many more fragments possible than those shown, but knowledge of these should suffice to interpret spectra of most simple molecules.

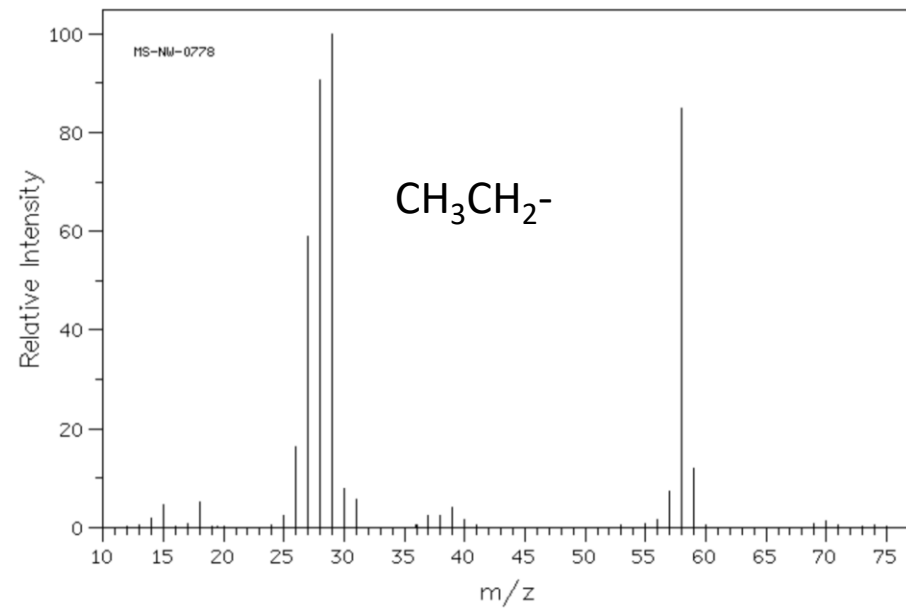
SDBS-Mass

MS-IW-7880 SDBS NO. 319
acetone
C3H6O (Mass of molecular ion: 58)

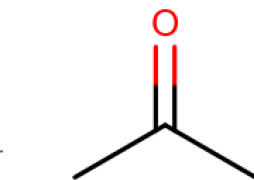
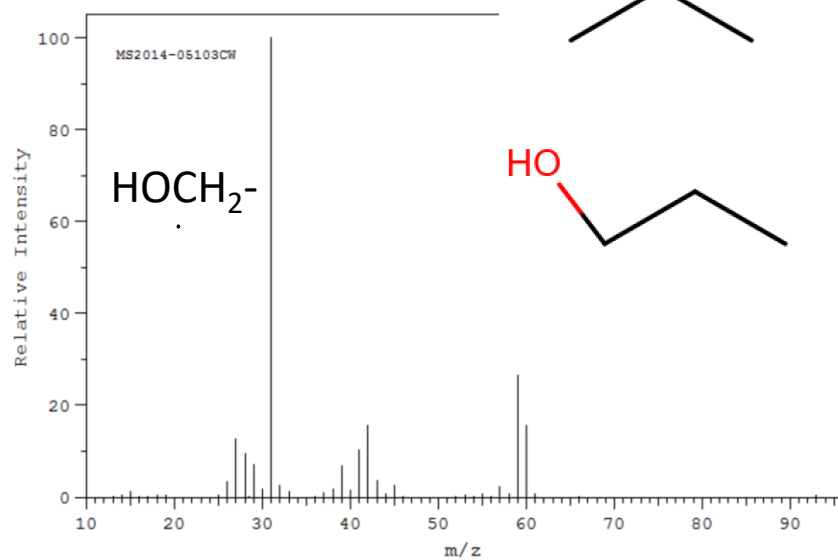


SDBS-Mass

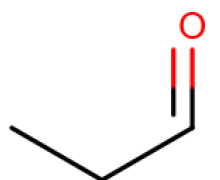
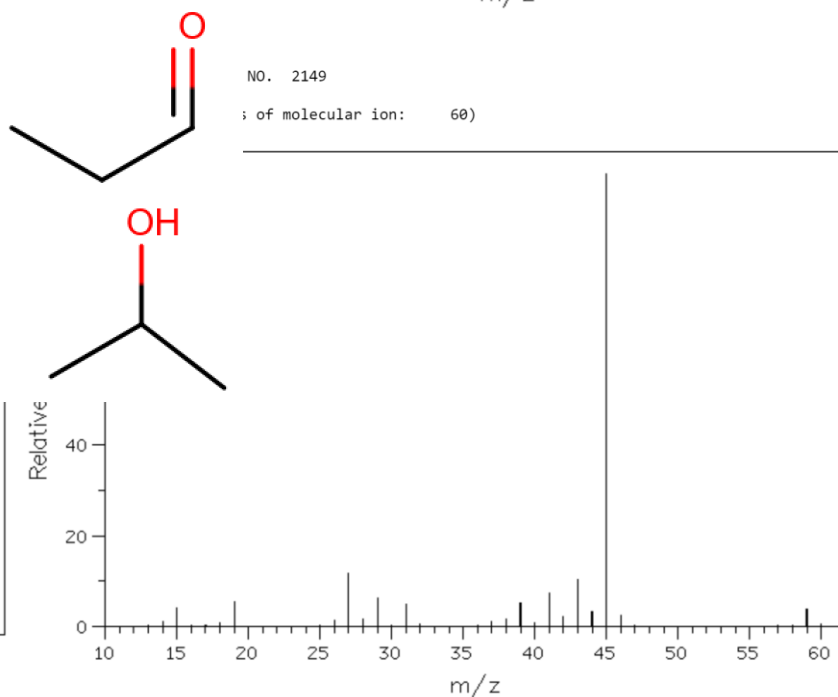
MS-NW-0778 SDBS NO. 2899
propionaldehyde
C3H6O (Mass of molecular ion: 58)



MS2014-05103CW SDBS NO. 1212
~~1-propanol~~
~~C3H8O~~ (Mass of molecular ion: 60)



NO. 2149
; of molecular ion: 60)

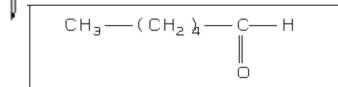
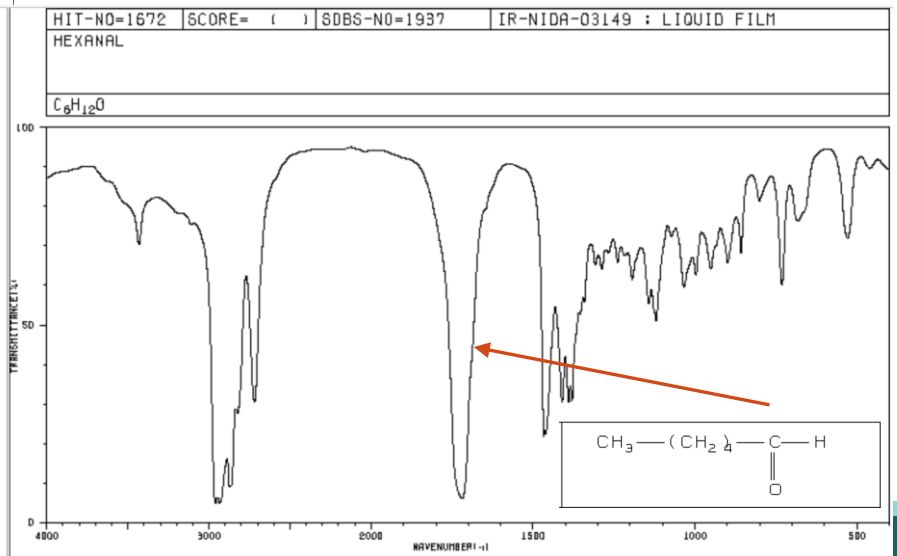
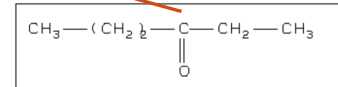
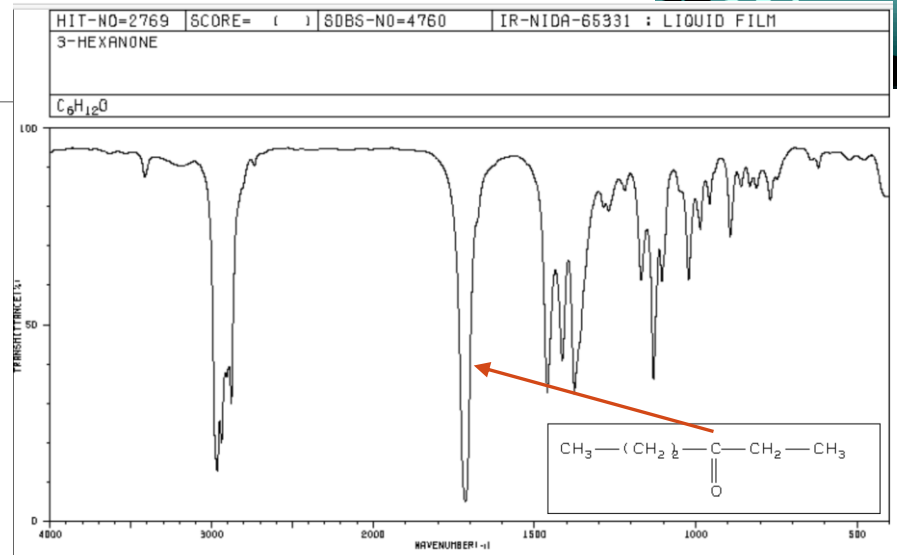
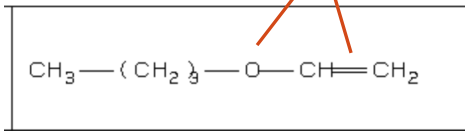
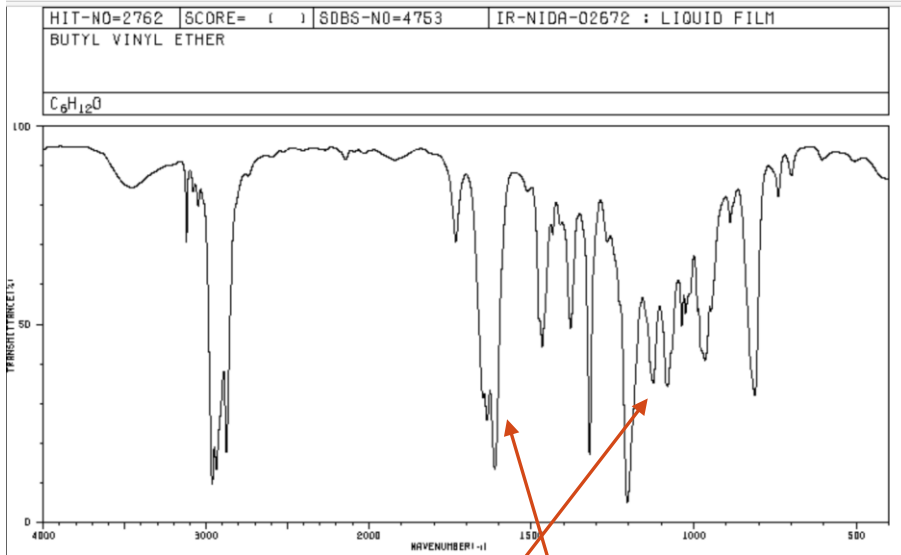




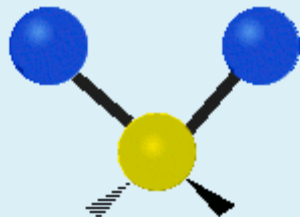
IR-spektroskopia



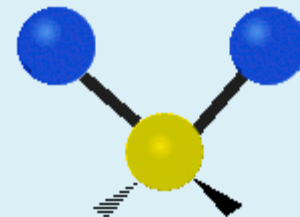
Eri IR-spektrejä – C₆H₁₂O – 100 g/mol



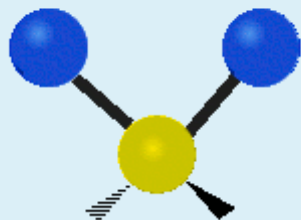
IR-spektroskopian perusteita



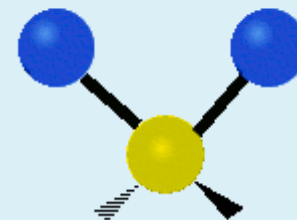
Epäsymmetrinen venytys



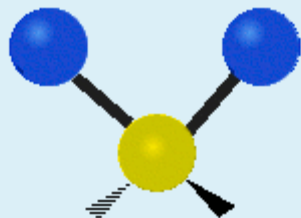
Keinuva (rocking)



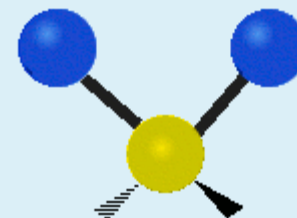
Sakset (scissoring)



Symmetrinen venytys



Epäsymmetrinen heiluri (twisting)



Symmetrinen heiluri (wagging)

MolCalc.org

IR-spektroskopian perusteita



Ohjelma kertoo erilaisten värähtelyjen ja venytysten **laskennalliset aallonpituudet**

MolCalc New molecule Help About

2-butanol

3D 2D

Starting structure

Methane Benzene Water dimer



MolCalc New molecule Help About

Free Energies **Vibrational Frequencies** Molecular Orbitals Polarity and Solvation

Thermodynamics

Enthalpy			Heat Capacity at Constant Pressure		
Translational	6.20	kJ mol^{-1}	Translational	20.79	
Rotational	3.72	kJ mol^{-1}	Rotational	12.47	
Vibrational	364.79	kJ mol^{-1}	Vibrational	75.22	
Total (Trans. + Rot. + Vib.)	374.71	kJ mol^{-1}	Total (Trans. + Rot. + Vib.)	108.48	

Entropy			Free Energy	
Translational	162.44	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$	Heat of Formation	-284.82
Rotational	107.95	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$		
Vibrational	62.66	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$		
Total (Trans. + Rot. + Vib.)	333.05	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$		

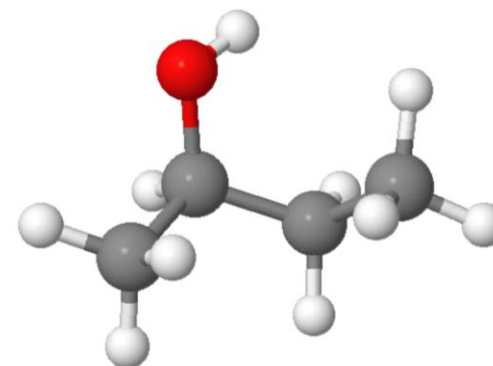
Free Energies **Vibrational Frequencies** Molecular Orbitals Polarity and Solvation

Vibrational Frequencies

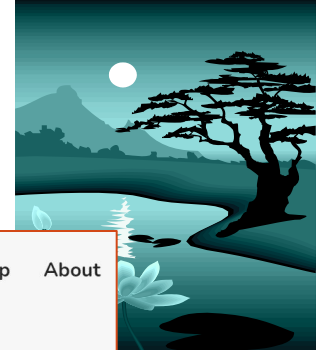
Vibration	<input checked="" type="checkbox"/> ON
Vectors	<input type="checkbox"/> OFF
Sticks and balls	<input checked="" type="checkbox"/> ON

95.20 cm^{-1}
169.60 cm^{-1}
189.59 cm^{-1}
231.35 cm^{-1}
285.48 cm^{-1}
388.54 cm^{-1}
449.51 cm^{-1}

95.20 cm^{-1}



MolCalc ja poolisuu



MolCalc

New molecule Help About

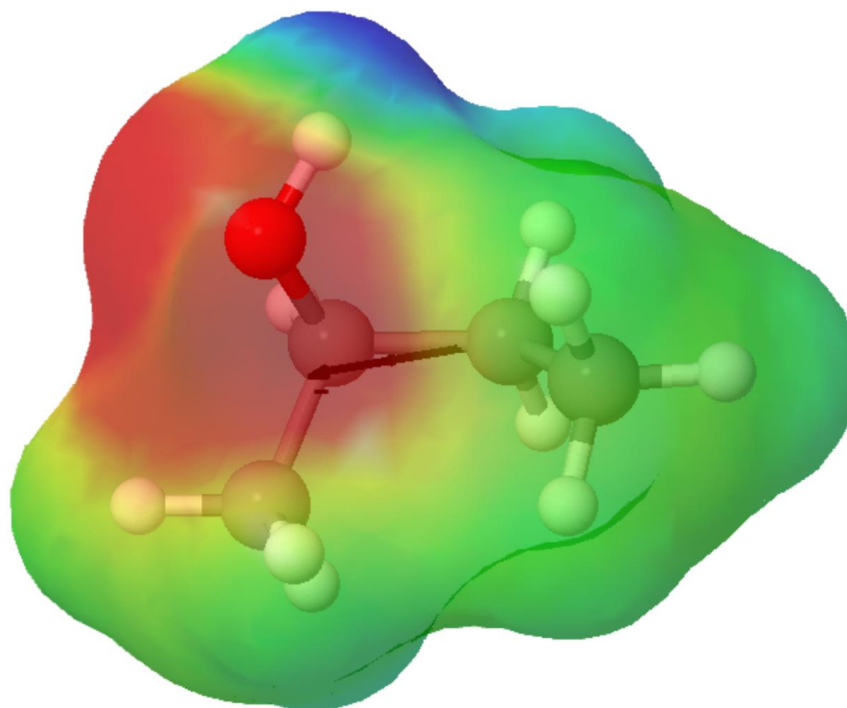
Free Energies Vibrational Frequencies Molecular Orbitals Polarity and Solvation

Polarity and Solvations

Surface	<input checked="" type="checkbox"/>
Dipole	<input checked="" type="checkbox"/>
Translucent Molecule	<input type="checkbox"/>

Aqueous Solvation Energy at 298.15 K

Property	Value	Unit
Total Solvation Energy	5.40	kJ mol^{-1}
Polar Solvation Energy	-10.84	kJ mol^{-1}
Nonpolar Solvation Energy	16.23	kJ mol^{-1}
Surface Area	259.65	\AA^2
Charge of Molecule	0	
Dipole	1.79	Debye



Blue: Positive, Red: Negative
Mouse over atoms for partial charge

JSmol

Spektrikirjasto

<http://sdb.db.aist.go.jp>



Spectral Database for Organic Compounds SDBS [Japanese](#) [Introduction](#) [Disclaimer](#) [HELP](#) [Contact](#) [What's New](#) [RIO-DB](#) [FAQ](#) [LINK](#)

SDBS Compounds and Spectral Search

Compound Name:

Molecular Formula:
C, H, then the other elements are alphabetical order, "%", "*" for the wild card

Molecular Weight: to
Numbers between left and right columns
Up to the first place of a decimal point

CAS Registry No.:
"%", "*" for the wild card.

SDBS No.:
"%", "*" for the wild card.

Atoms:

C(Carbon)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
H(Hydrogen)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
N(Nitrogen)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
O(Oxygen)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
F(Fluorine)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
Cl(Chlorine)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
Br(Bromine)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
I(Iodine)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
S(Sulfur)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
P(Phosphorus)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>
Si(Silicon)	<input type="text"/>	to	<input type="text"/>

Numbers between left and right columns.

Spectrum:
Check the spectra of your interest.
 MS IR
 ¹³C NMR Raman
 ¹H NMR ESR

IR Peaks(cm⁻¹): Allowance
 ±
", " or space is the separator for multiple peaks.
Use "-", to set a range: eg. 550-750,1650 3000-
Transmittance < %

¹³C NMR Shift(ppm): Allowance
 ±
", " is the separator for multiple shifts, eg. 129.3,18.4,...
No shift regions:

Range defined by two numbers separated by a space, eg. 110 78,...

¹H NMR Shift(ppm): Allowance
 ±
No shift regions:

MS Peaks and intensities:

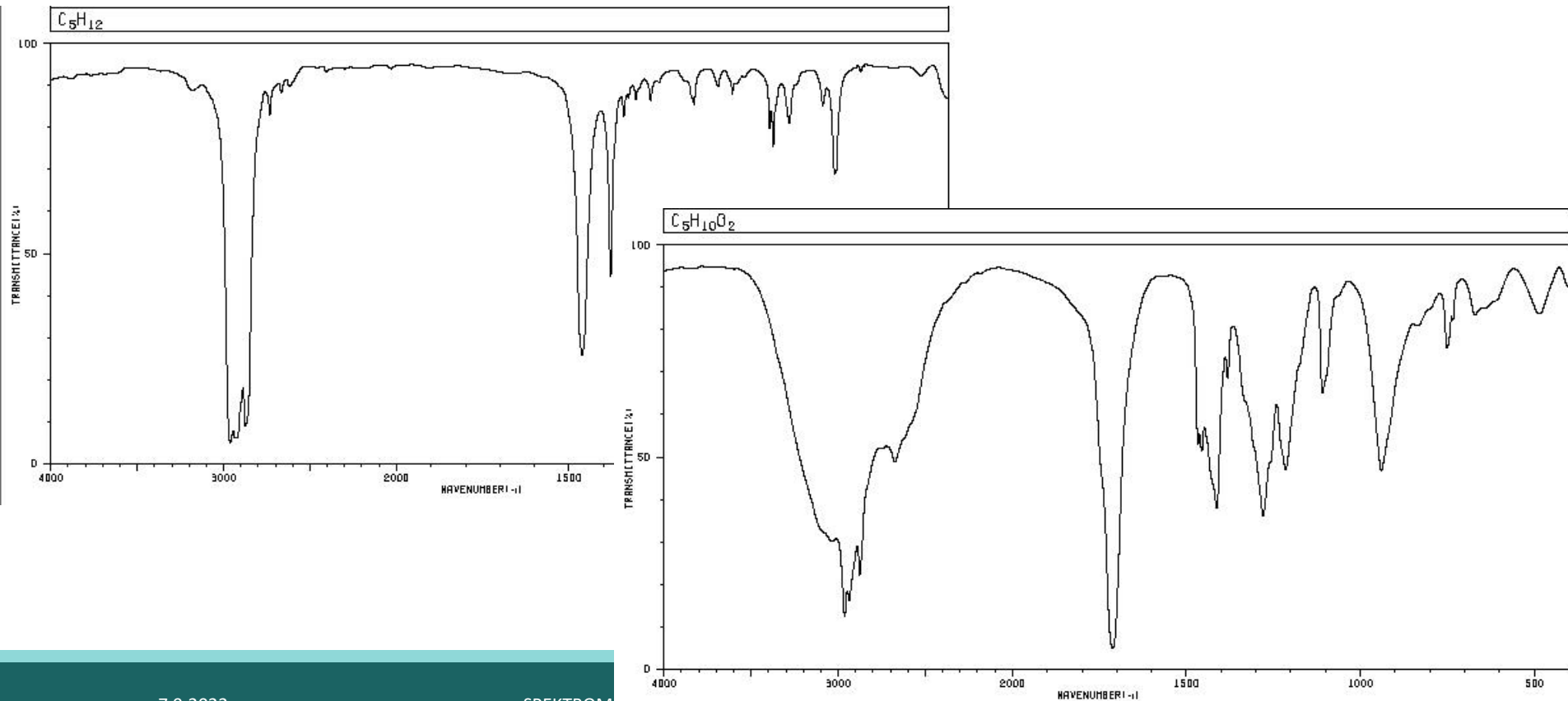
Mass and its intensity are a set of data separated by a space, eg. 110 22,...

Hit: Sort by: Ascending Order Result Display type: with Structures

Haku nimellä (engl), molekyylipainolla tai eri alkuaineiden atomien lukumäärän mukaan

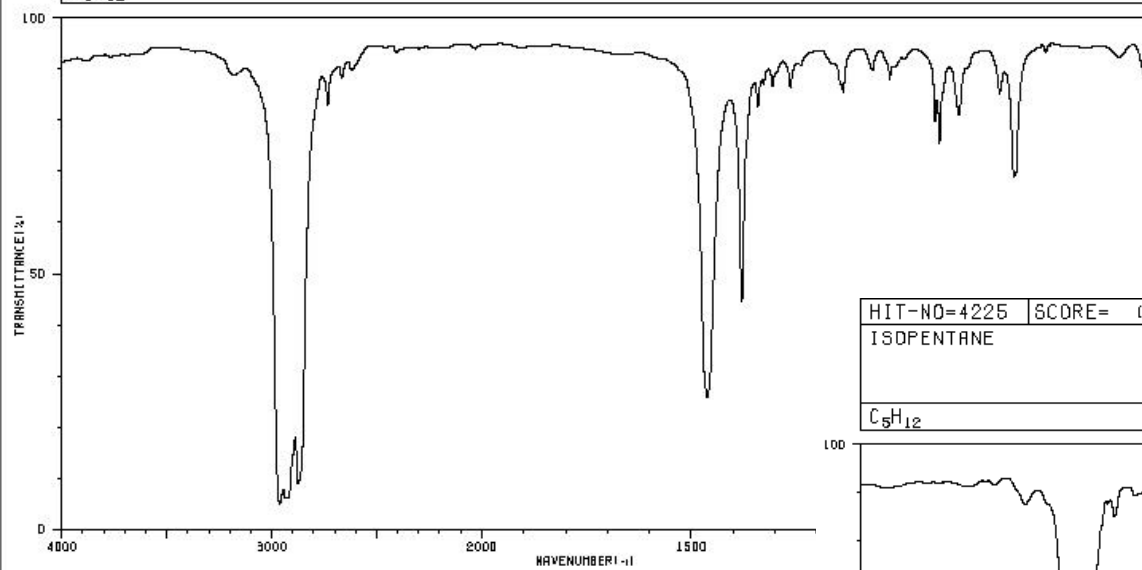
Spektrikartan laatiminen

Tunnista yhdisteelle (yhdisteryhmille) tyypilliset spektriviivat (piikit). Tulkittava aineisto löytyy alta. Laadi oma spektritulkintamalli eli graafinen esitys spektripohjasta, johon on piirretty esim. funktionaalisten ryhmien tai molekyylien rakenneosien tyypilliset spektripiikkien paikat.

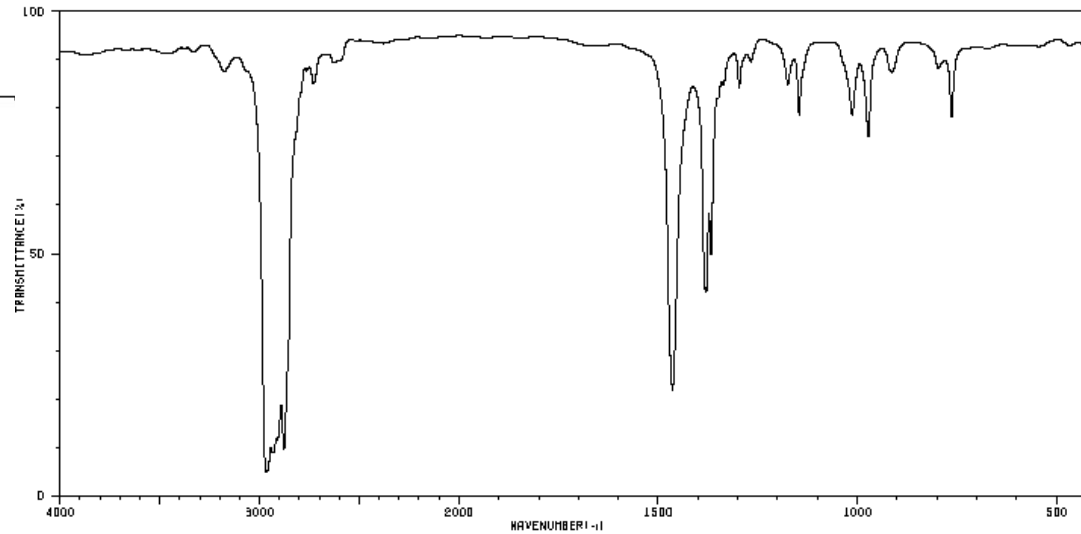




PENTANE
 C_5H_{12}

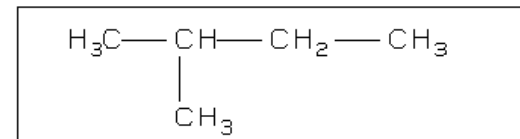


HIT-NO=4225 SCORE= () SDBS-NO=10633 IR-NIDA-03327 : LIQUID FILM
 ISDPENTANE
 C_5H_{12}

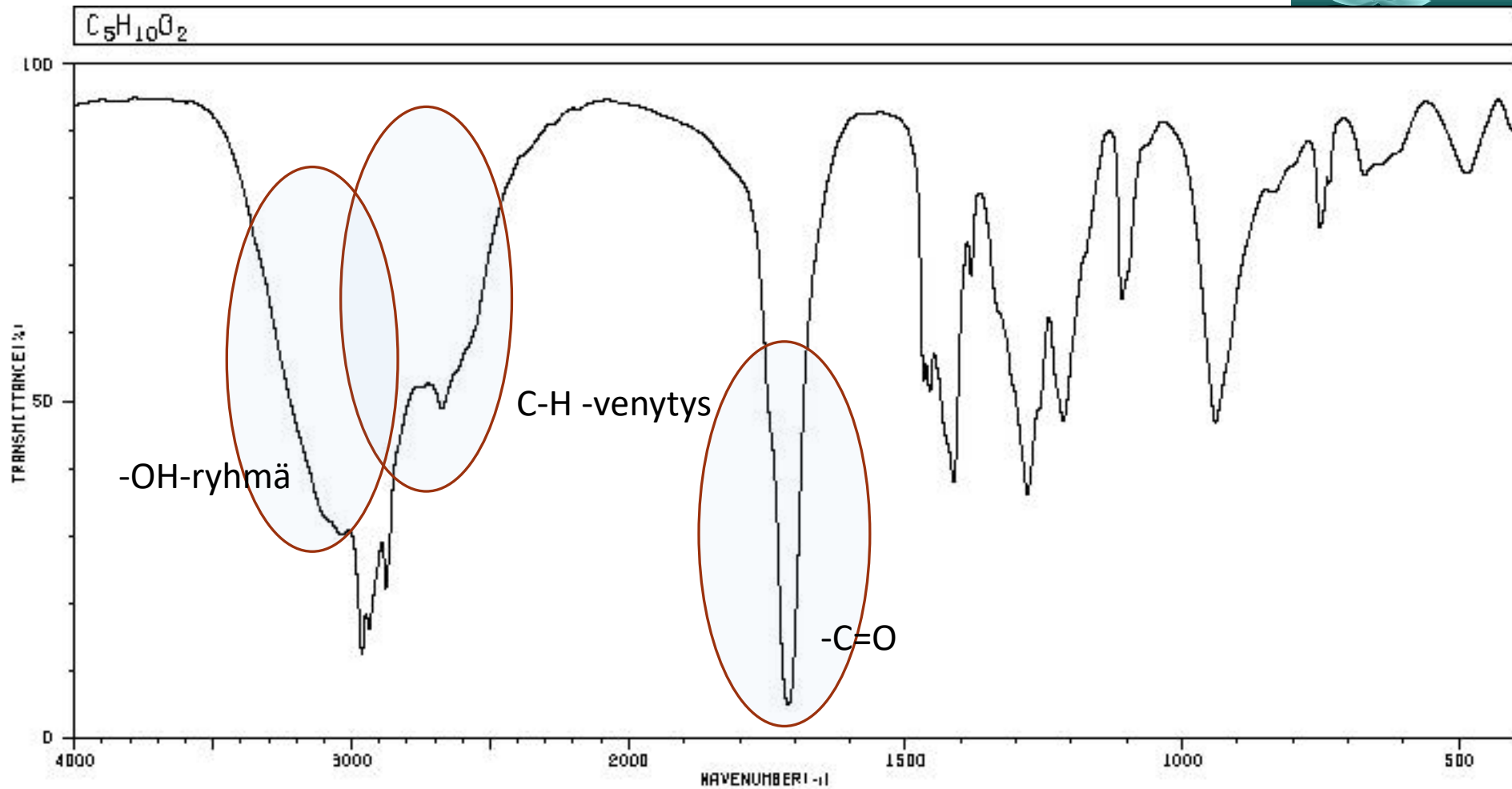


C-H -venytys

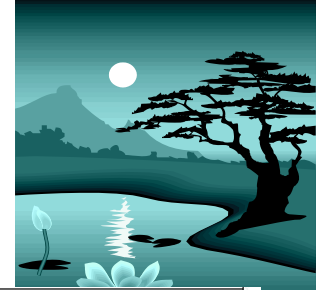
3176	84	1464	21	1013	77
2964	4	1380	41	972	70
2933	6	1368	47	913	84
2878	9	1297	81	797	84
2733	81	1268	86	764	74
2627	86	1175	81		
2604	86	1147	77		



Pentaanihappo



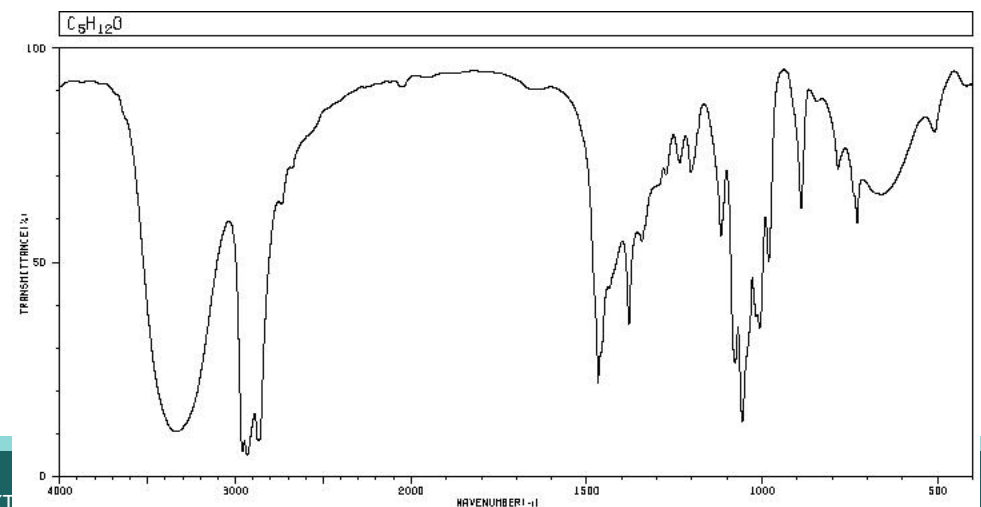
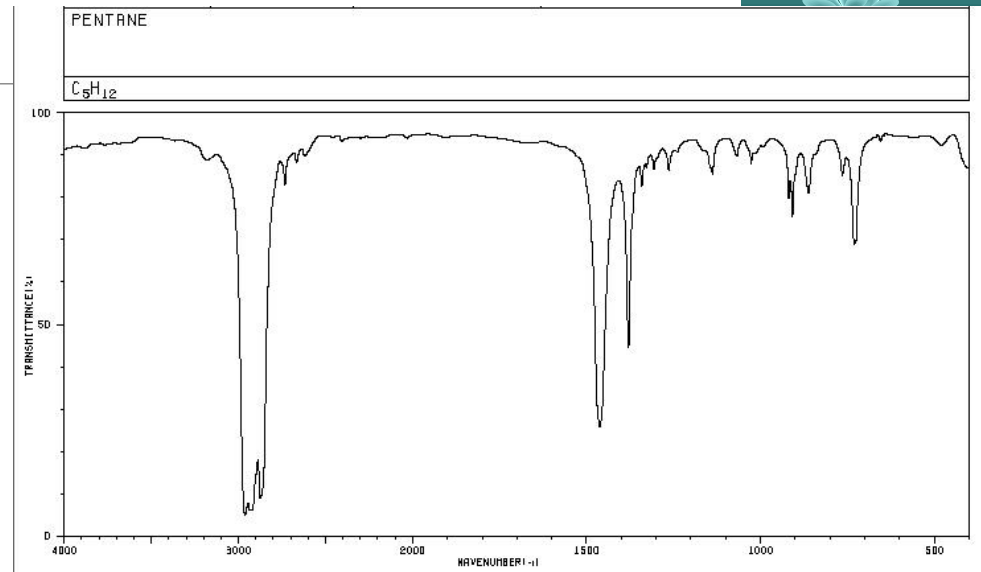
Työ 1 – IR-spektrikartan laadinta



Tunnista yhdisteelle (yhdisteryhmälle) tyypilliset spektriviivat (piikit).
Aineisto alla.

Laadi oma spektritulkintamalli - graafinen esitys spektripohjasta, johon on piirretty esim. funktionaalisten ryhmien tai molekyylien rakenneosien tyypilliset spektripiikkien paikat.

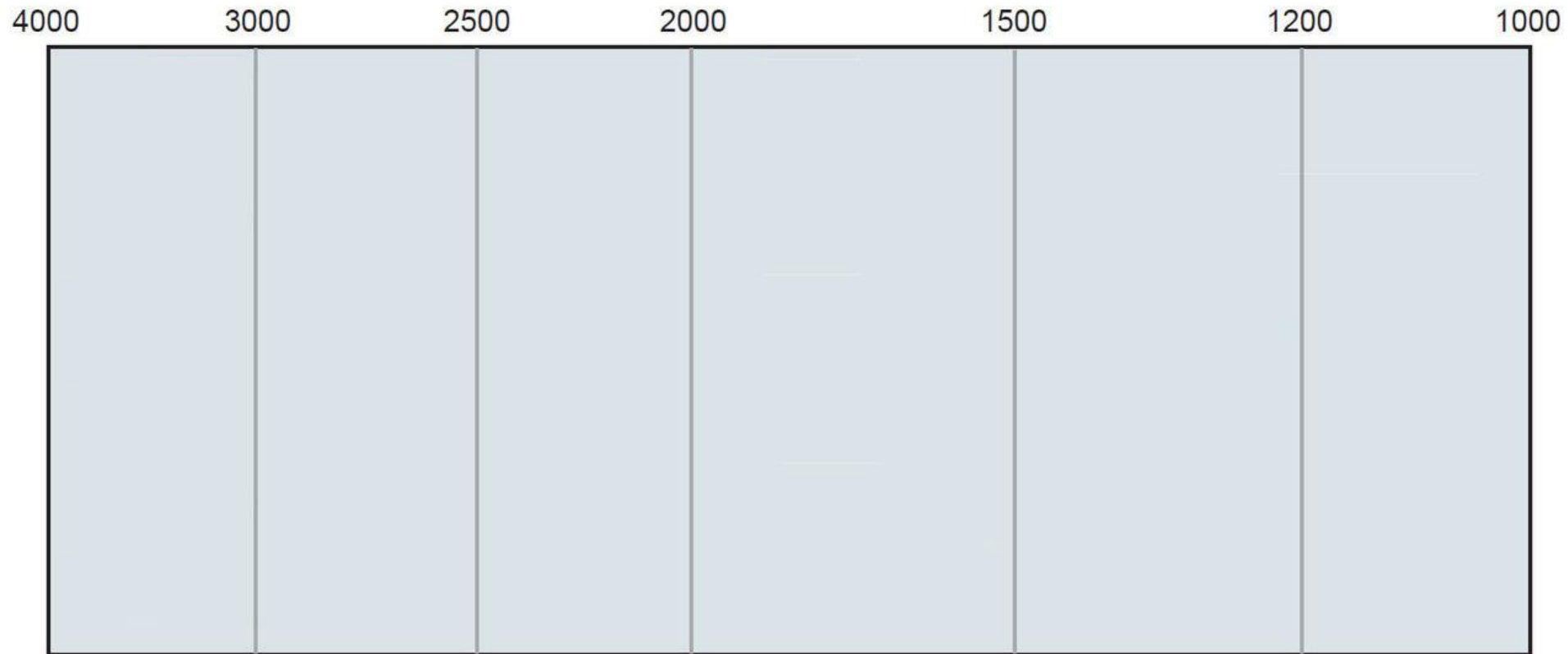
<https://peda.net/p/myllyvii ta/spektroskopia/data>



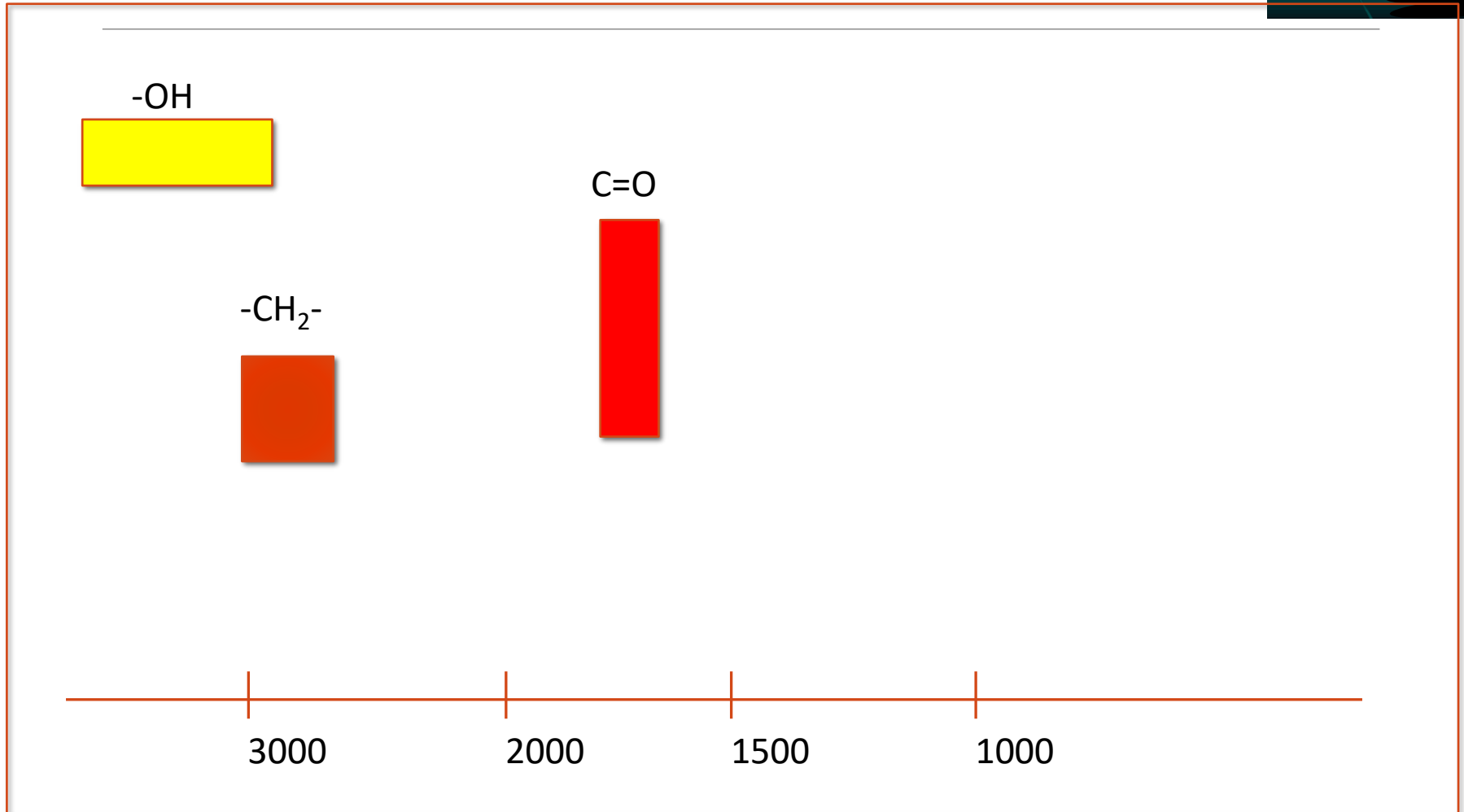
Spektrikartta -tehtävä



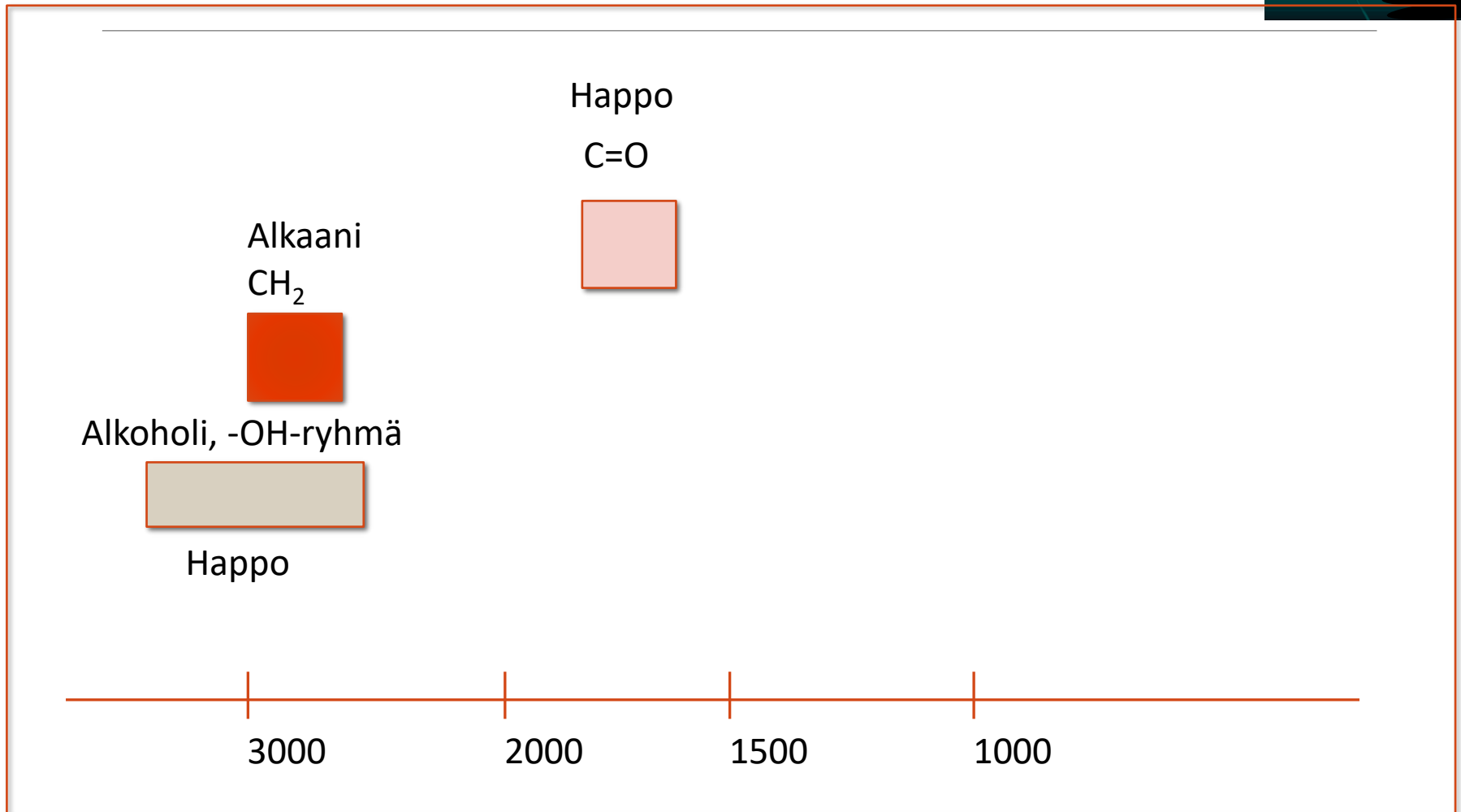
Aaltoluku, cm^{-1}



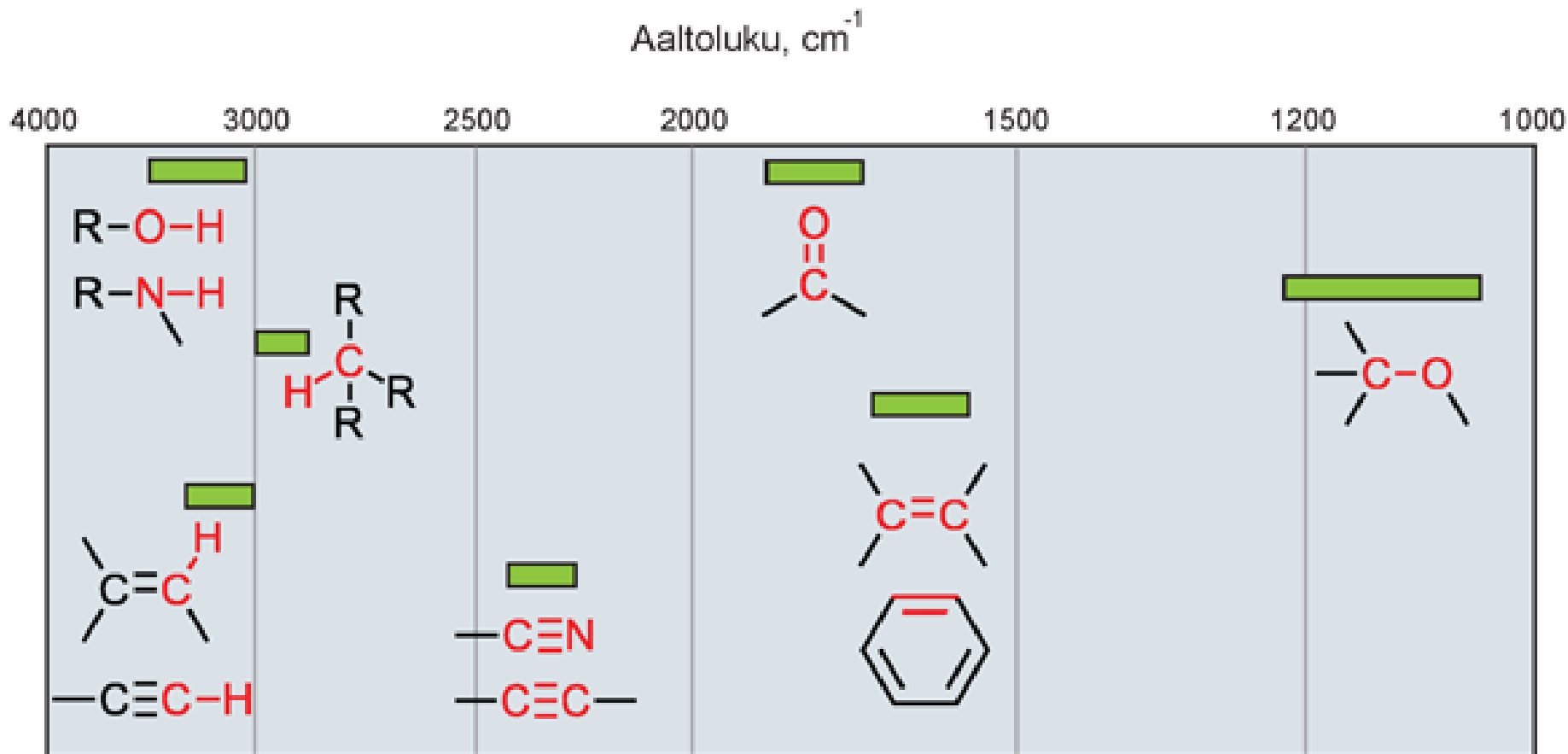
IR-spektrin tulkinta-apuväline



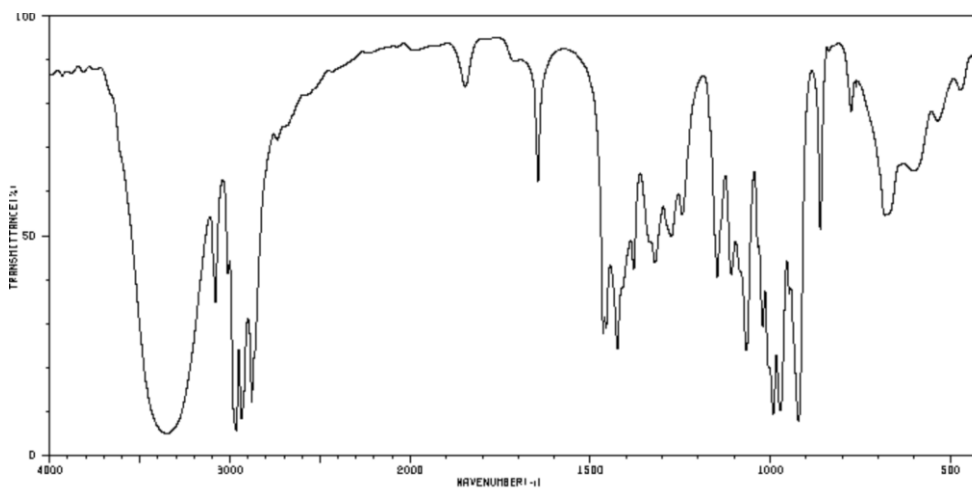
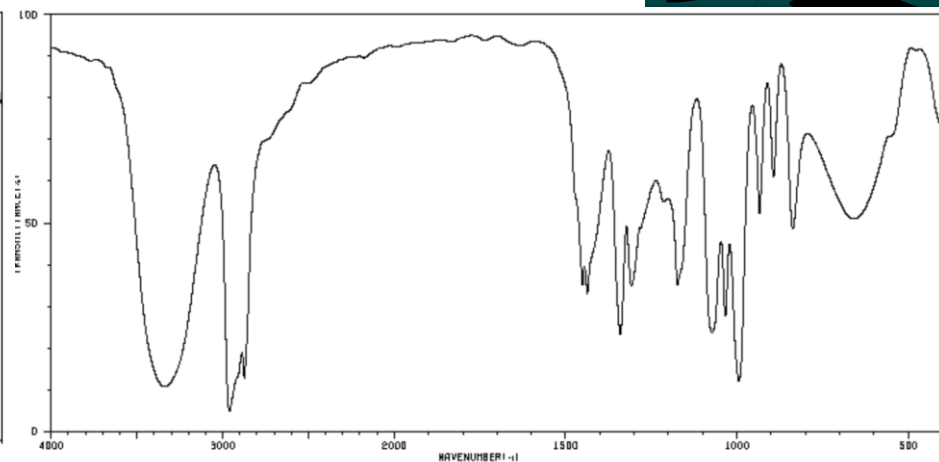
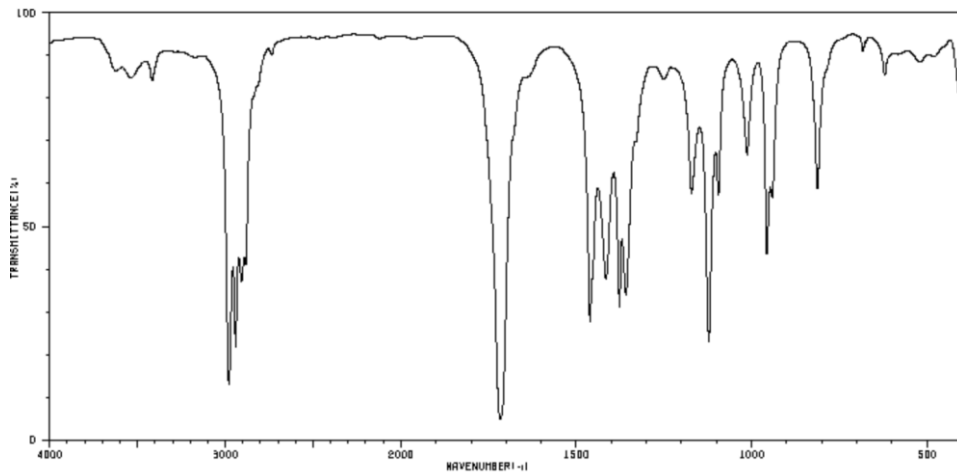
IR-spektrin tulkinta-apuväline



IR-spektroskopiaa

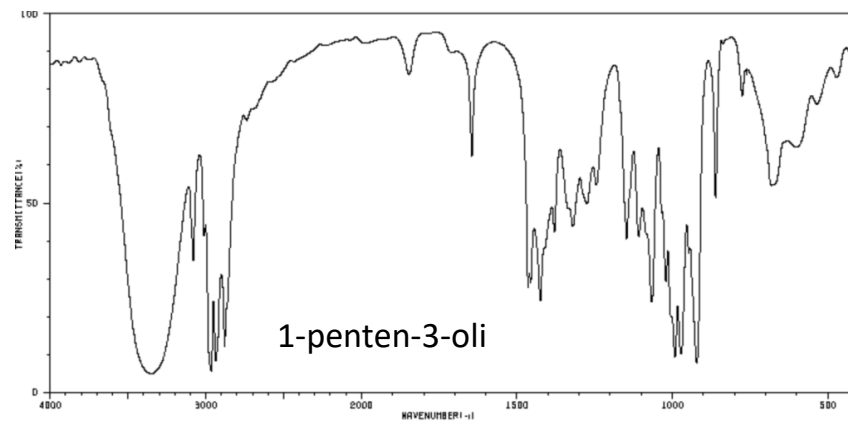
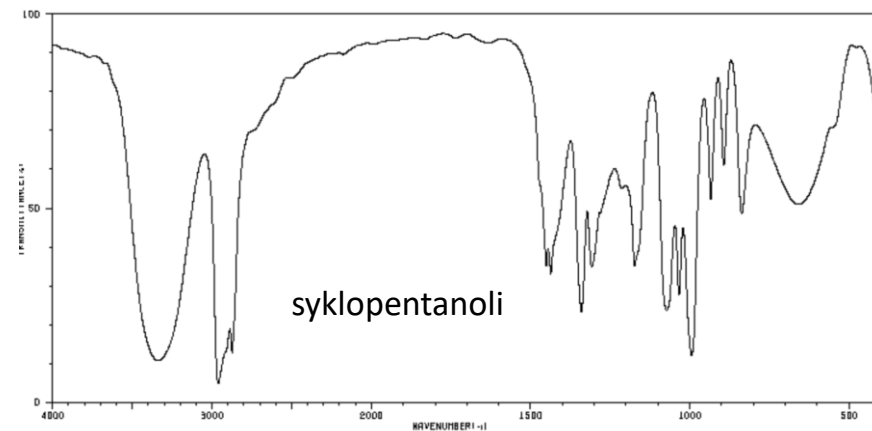
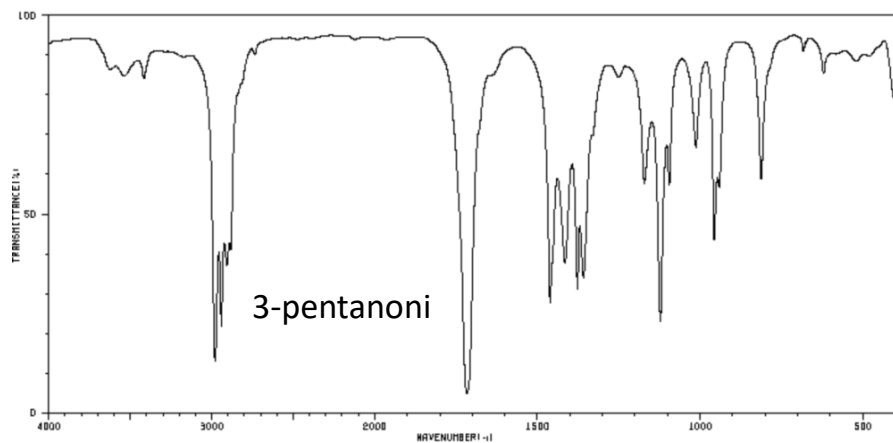


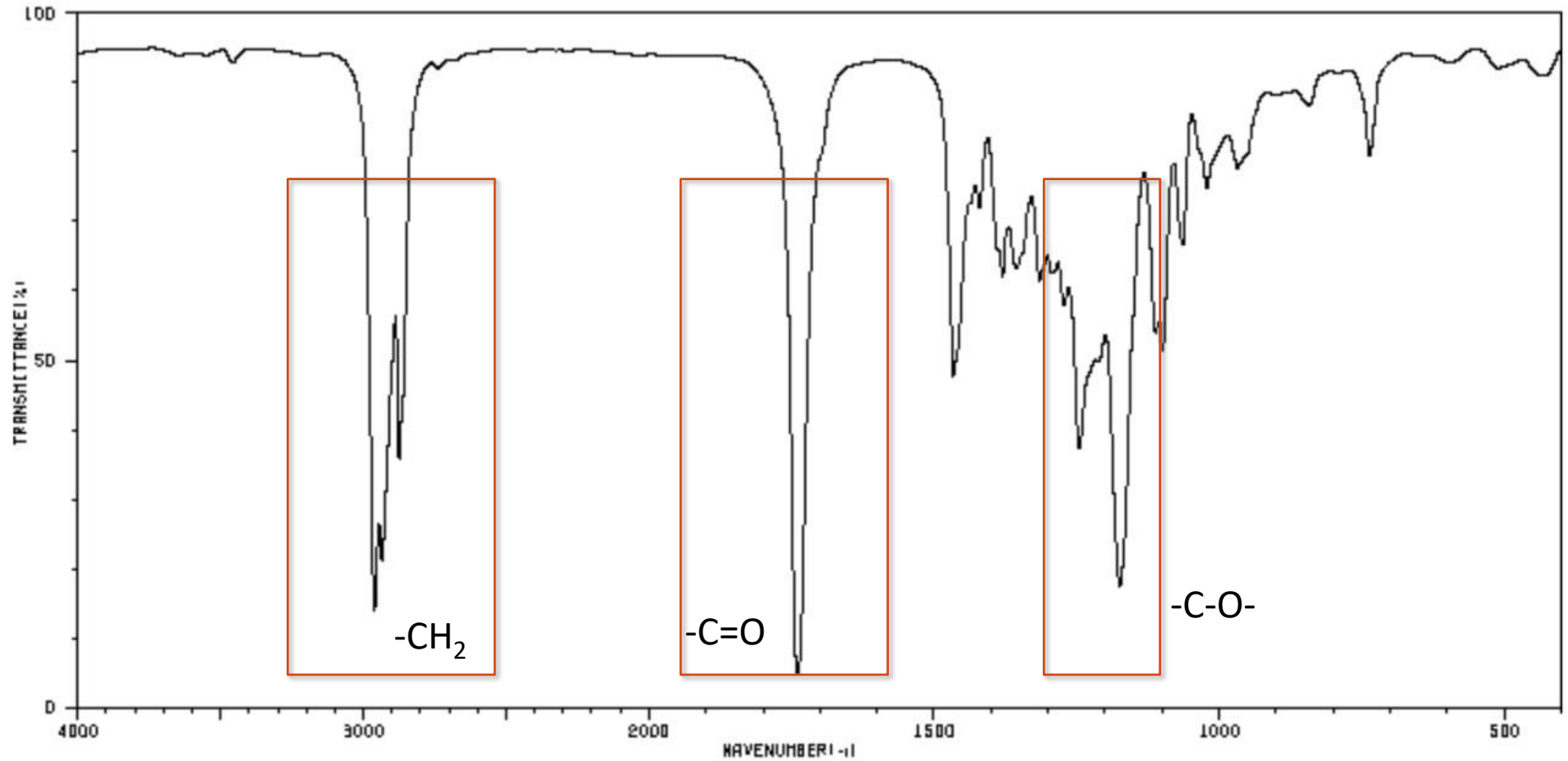
Mikä näistä spektreistä kuuluu millekin molekyylille, $C_5H_{10}O$?



syklopentanol
1-penten-3-oli
3-pentanoni

Mikä näistä spektreistä kuuluu millekin molekyylille, $C_5H_{10}O$? RATKAISU





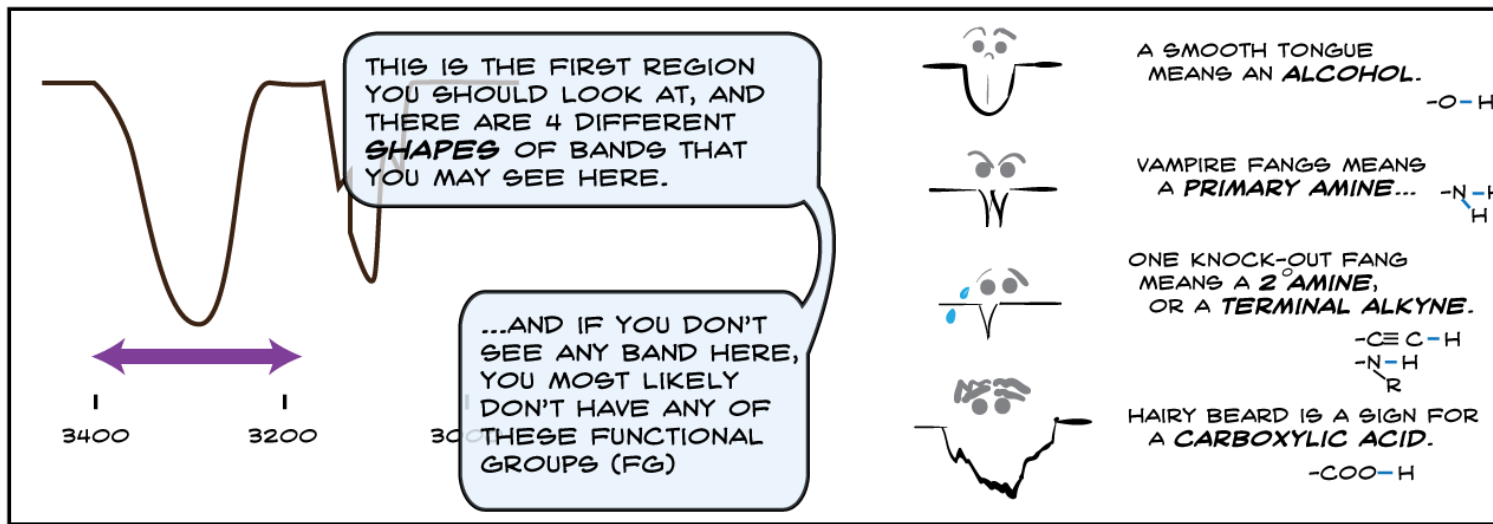


MAOL-taulukot ja IR-spektroskopia

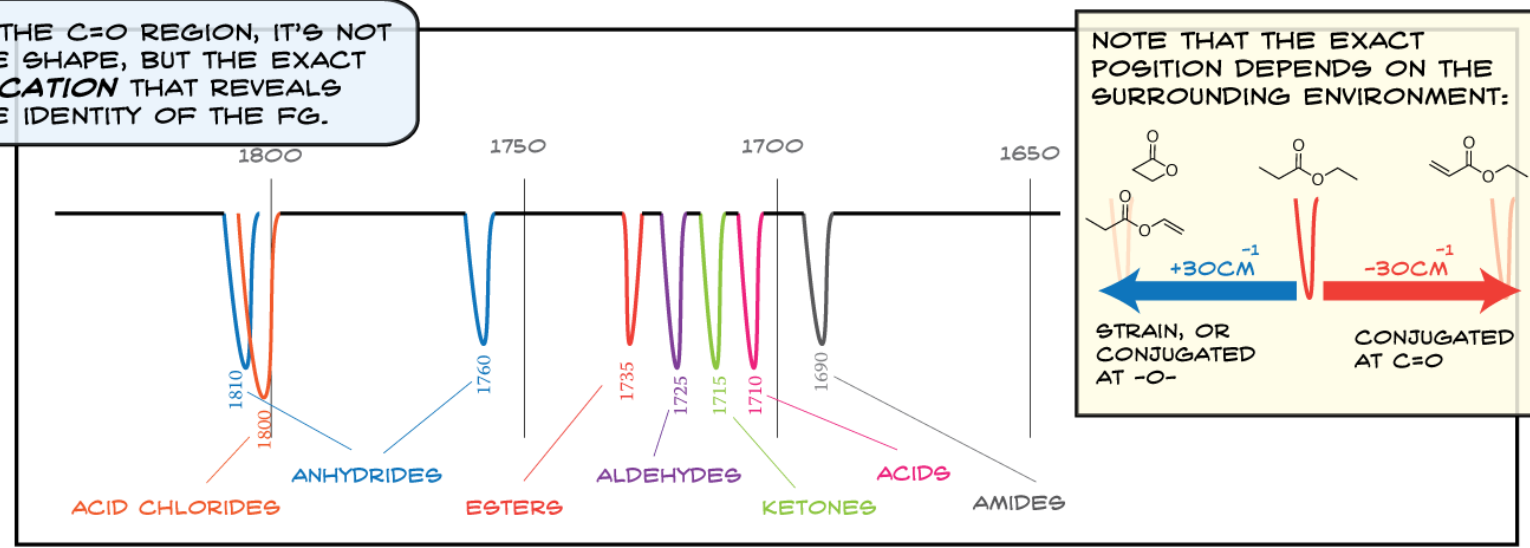
Sidosten ve

Sidos	Yhdistettyyppi	Aaltoluku cm^{-1}	Intensiteetti, muoto
C - I	jodialkaani	490–620	vahva
C - Br	bromialkaani	500–600	vahva
C - Cl	kloorialkaani	600–800	vahva
C - F	fluorialkaani	1 000–1 400	vahva
C - O	alkoholi, esteri, eetteri	1 050–1 410	vahva
C \cdots C	aromaattinen	1 450–1 600	keskivahva
C = C	alkeeni	1 610–1 680	keskivahva-heikko
C \equiv C	alkyyini	2 100–2 260	vaihtelee
C = O	aldehydi, ketoni, karboksyylihappo, esteri	1 700–1 750	vahva
O - H	karboksyylihappo	2 500–3 300	vahva, hyvin leveä
C - H	alkaani	2 850–3 000	vahva
C - H	alkeeni, aromaattinen	3 000–3 100	vahva
C - H	alkyyini	\approx 3 300	vahva
N - H	amiini	3 300–3 500	keskivahva, prim. amiinilla kaksi piikkiä
O - H	alkoholi, fenoli	3 200–3 600	vahva, leveä

4 000



IN THE C=O REGION, IT'S NOT THE SHAPE, BUT THE EXACT **LOCATION** THAT REVEALS THE IDENTITY OF THE FG.

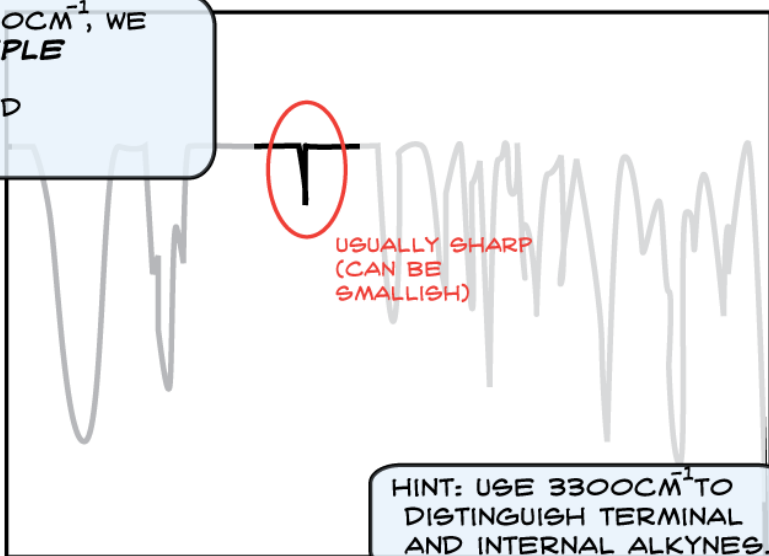




Interpreting IR spectra

JON - JKWCHUI@UVIC.CA

AT $\sim 2200\text{CM}^{-1}$, WE FIND **TRIPLE BONDS**: $\text{C}\equiv\text{C}$, AND $\text{C}\equiv\text{N}$



USUALLY SHARP (CAN BE SMALLISH)

HINT: USE 3300CM^{-1} TO DISTINGUISH TERMINAL AND INTERNAL ALKYNES.

LASTLY, YOU SHOULD LOOK AT THESE FEATURES (BUT ONLY AFTER ANALYSING THE MAJOR BANDS IN THE PREVIOUS PANES)

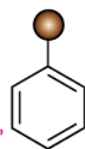
UNSATURATED C-H STRETCH

SATURATED C-H STRETCH

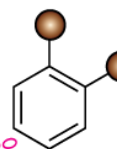
SATURATED AND UNSATURATED C-H CAN BE PRESENT AT THE SAME TIME.

3000CM^{-1}

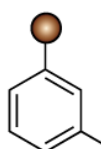
MONO ORTHO META PARA



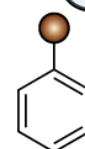
700, 690



~ 750

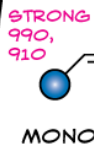


880, 780, 690



~ 825

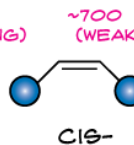
ALKENE/AROMATIC SUBSTITUTION PATTERN CAN BE SEEN IN THE C-H BEND REGIONS.



MONO



GEM (1,1-) DI-SUBSTITUTED



CIS-



TRANS-

STRONG 990, 910

~ 900 (STRONG)

~ 700 (WEAK)

~ 970 (STRONG)

LASTLY, A PEAK AT 2700CM^{-1} , TOGETHER WITH A $\text{C}=\text{O}$, IS INDICATIVE OF AN **ALDEHYDE**.

C-H STRETCH

2700CM^{-1}

C=O STRETCH



KETONES HAVE NO C-H IN THEM AND CAN HAVE NO 2700C-H STRETCH PEAKS.

Hae IR/NMR-spektrit seuraaville molekyyleille / aineille

(hyödynnä SDBS-tietokantaa, <https://sdb.sdb.aist.go.jp/>)

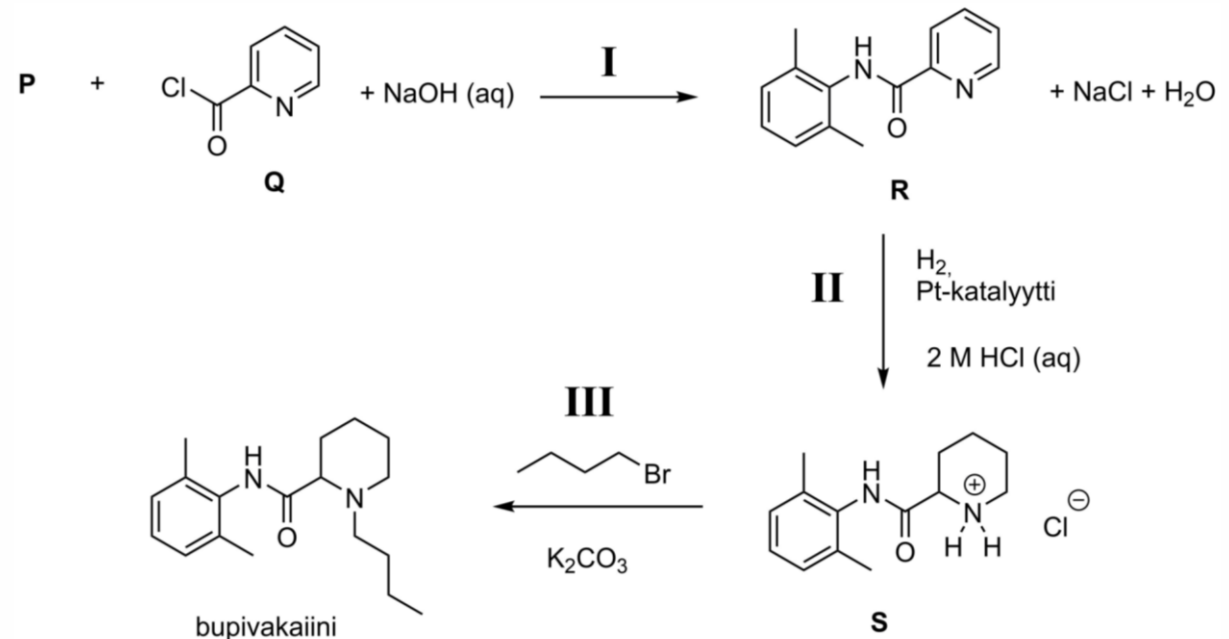


Parasetamoli (paracetamol)



Viereisen kuvan
molekyylien
spektrit (NMR)
(kemian YO s21)

10.A Kuva: Bupivakaiinin valmistus



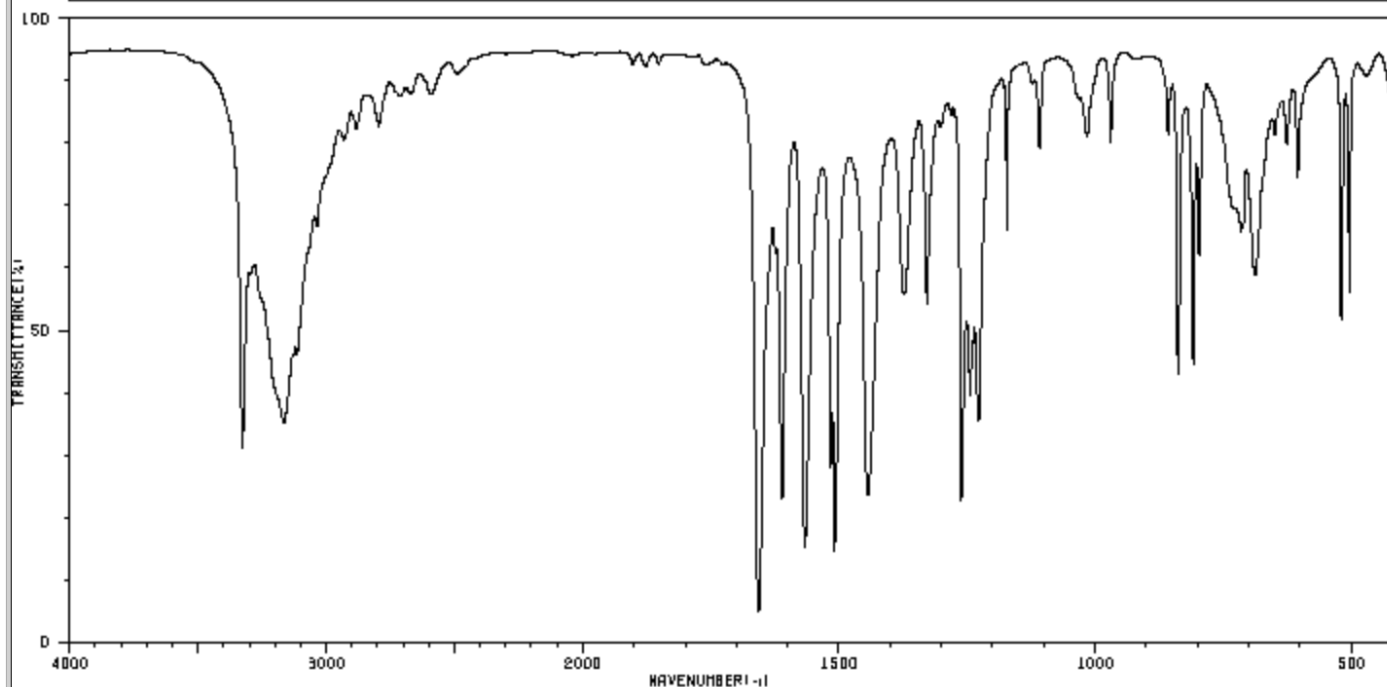
Lähde: YTL.

Parasetamol

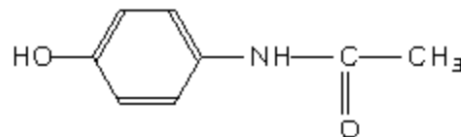


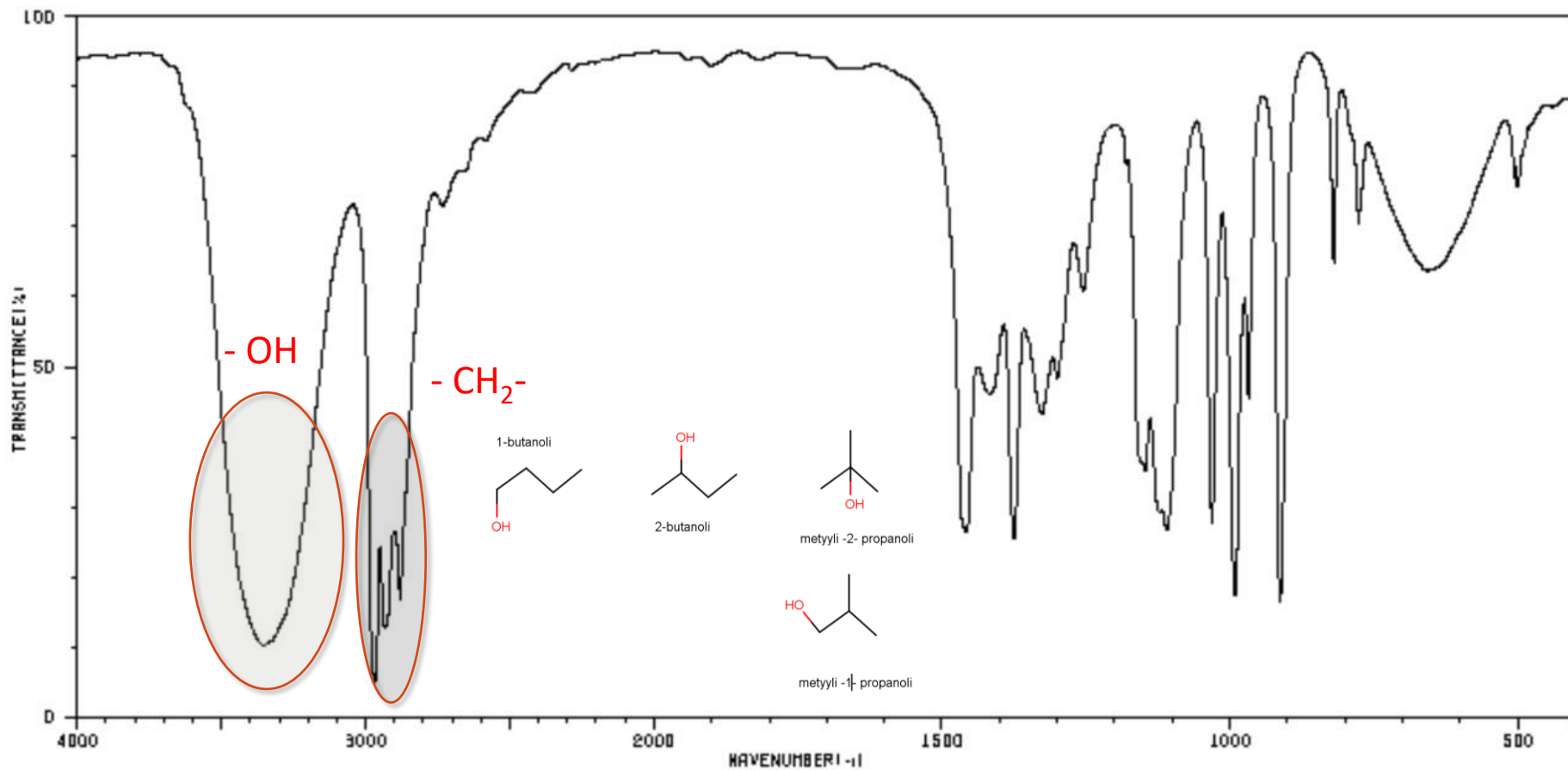
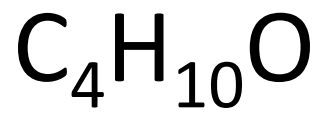
4'-HYDROXYACETANILIDE

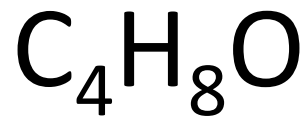
C₈H₉NO₂



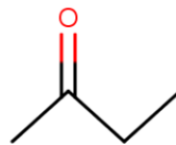
3326	30	1667	4	1373	63	1108	77	716	62
3165	33	1624	60	1329	52	970	77	689	57
3149	37	1611	21	1261	21	858	78	650	79
3114	44	1587	14	1244	37	839	41	626	77
3036	64	1516	26	1238	48	809	42	605	72
2930	77	1509	19	1228	34	797	60	521	49
2796	79	1444	22	1173	64	729	66	504	63



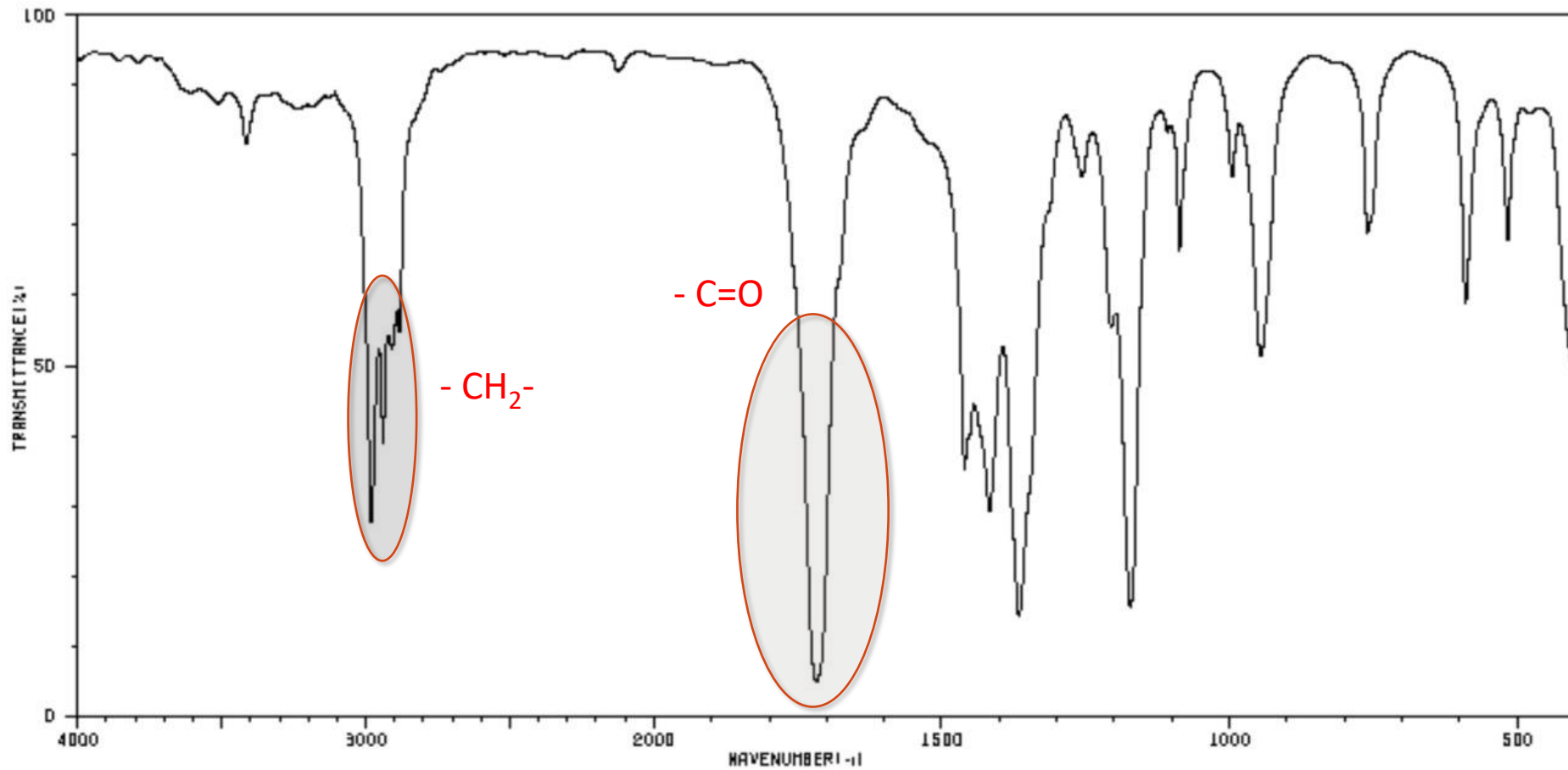
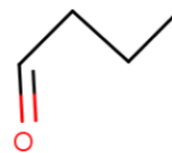




butanoni



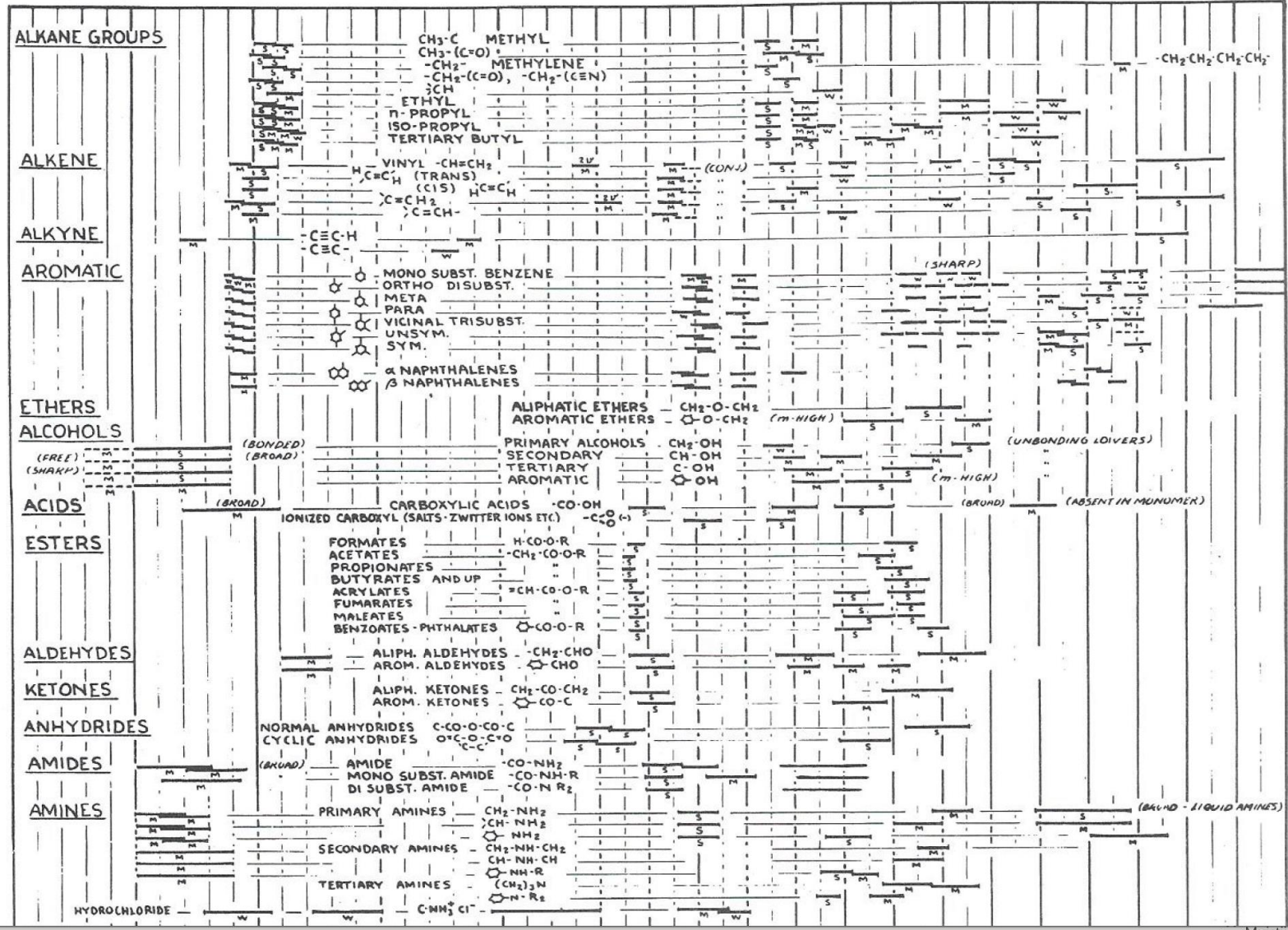
butanaali

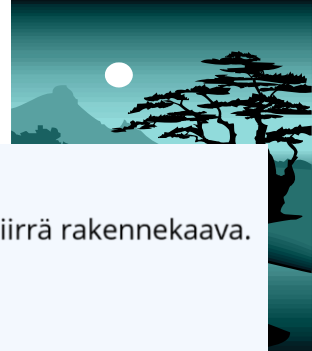


SPECTRA - STRUCTURE CORRELATIONS

PROBABLE POSITIONS OF CHARACTERISTIC INFRARED ABSORPTION BANDS

4000 cm^{-1} 3500 3000 2500 2000 1800 1600 1400 1200 1000 800 600 400



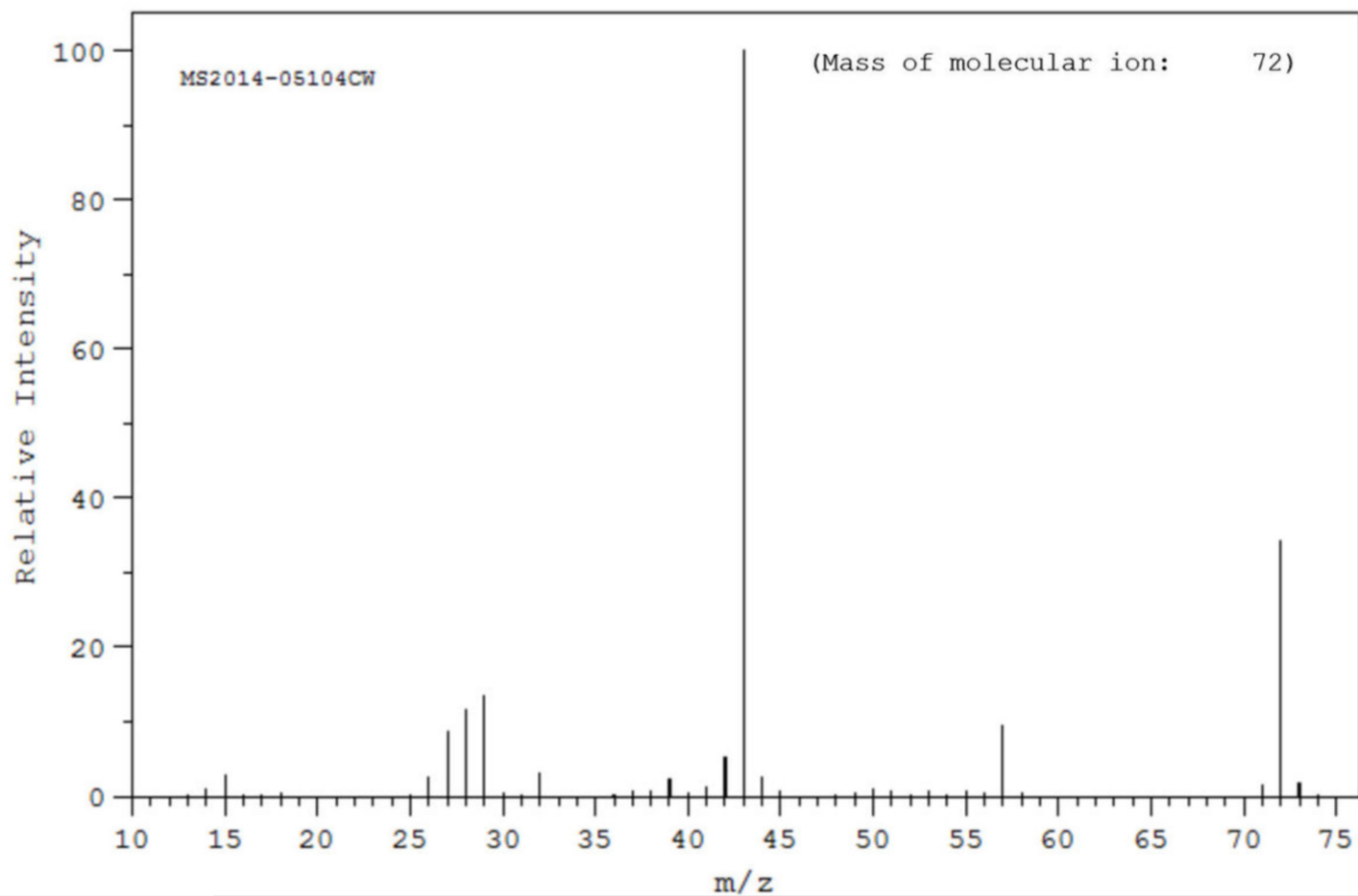


Tunnista aine ja esitä rakennekaava

Tiedetään yhdisteen alkuaineiden osuudet molekyylissä. Alla lisäksi aineen massaspektri ja IR-spektri. Tunnista aine ja piirrä rakennekaava.

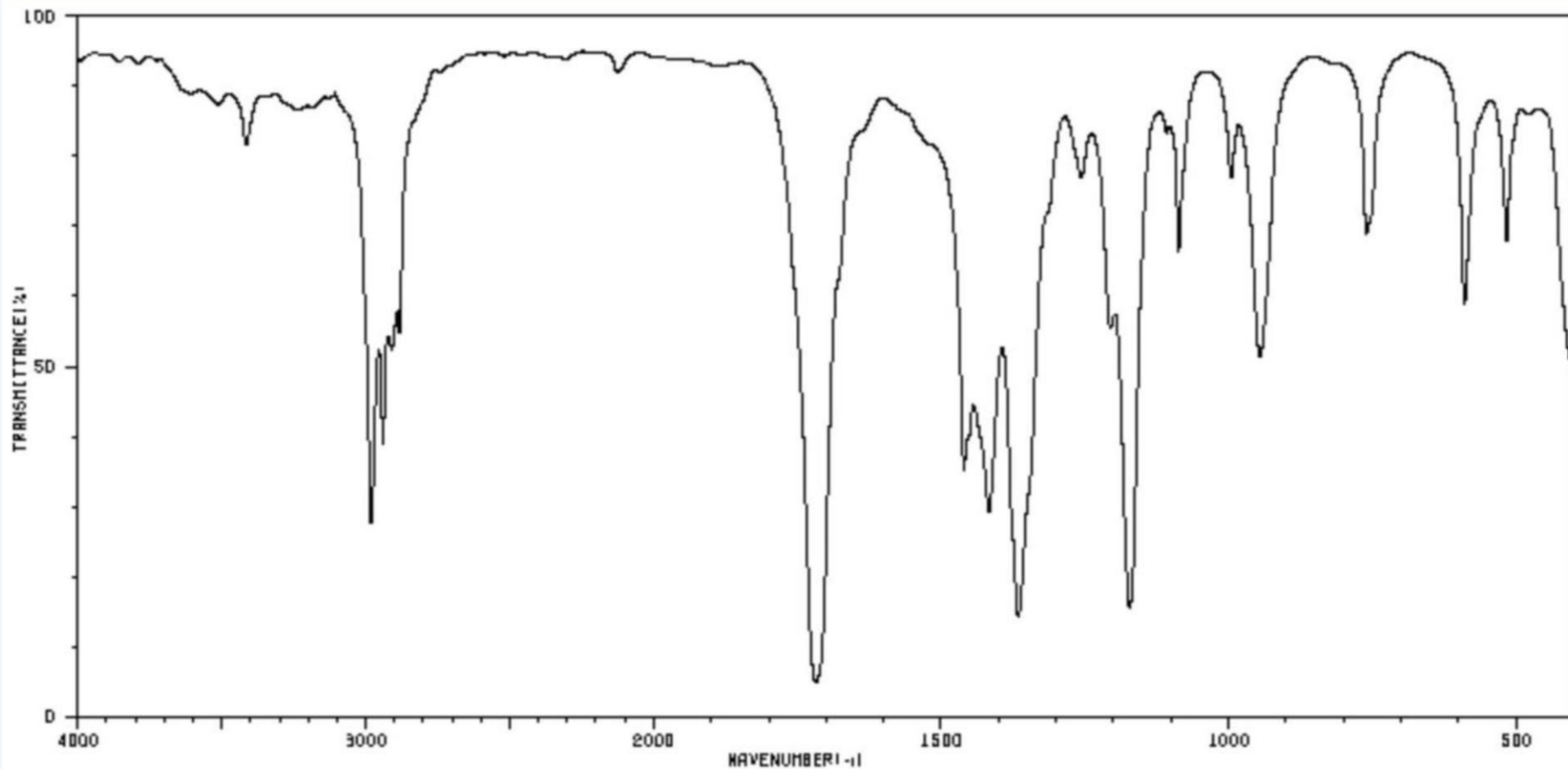
Alkuaineosuudet: hiili C 66,7%, vety H 11,1% ja happi O 22,2% (massaprosentteja).

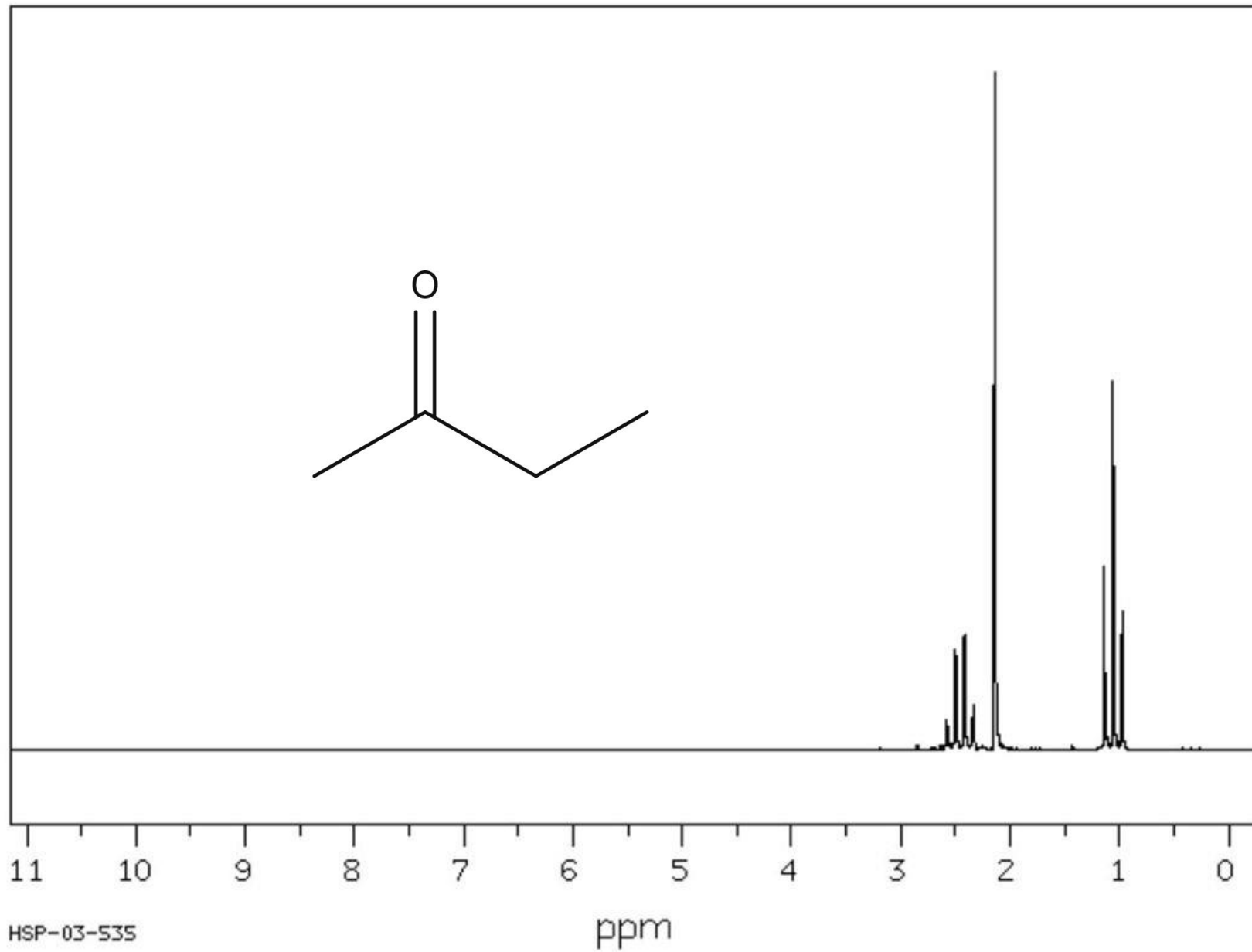
Massaspektri:



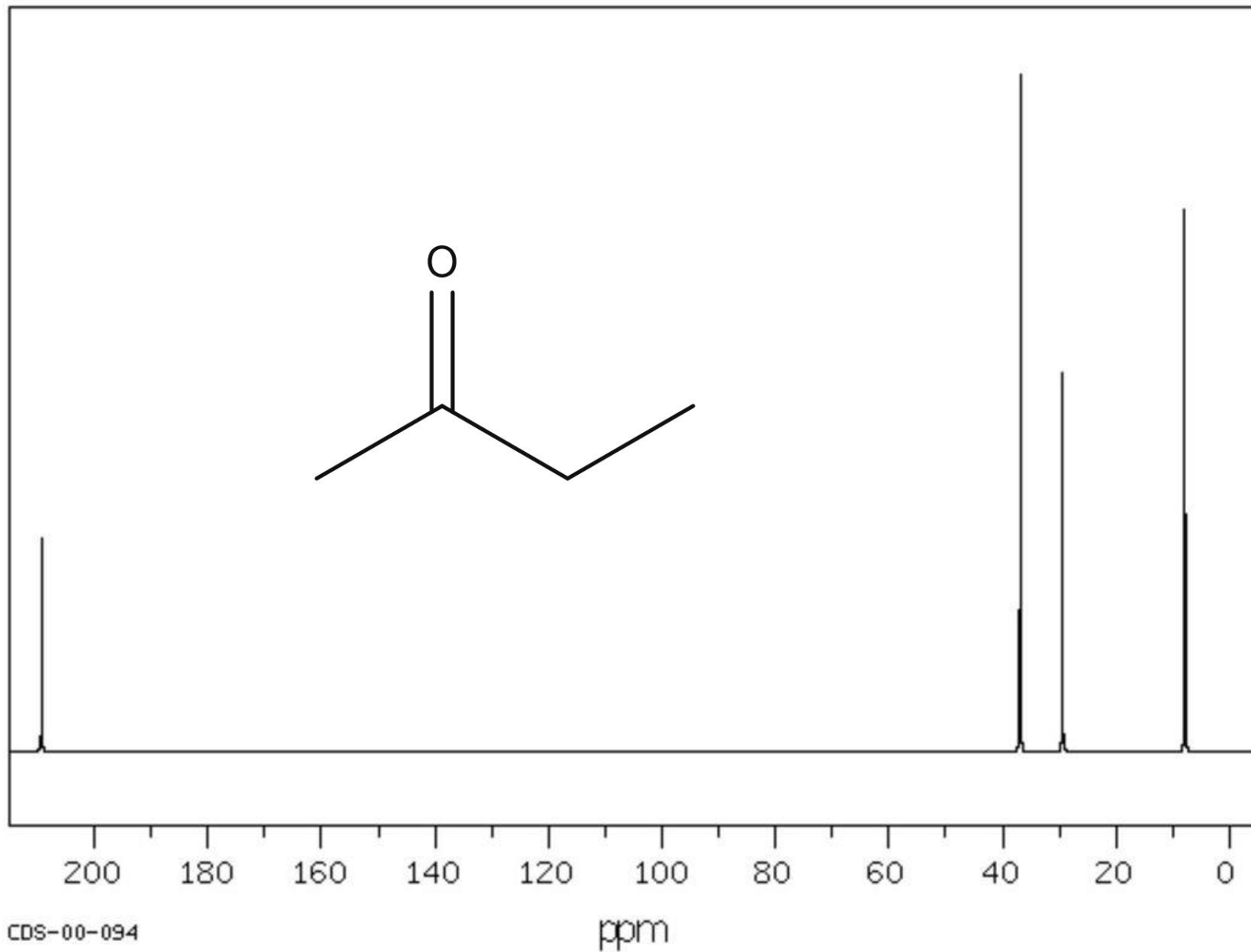


IR-spektri:





HSP-03-535



CDS-00-094

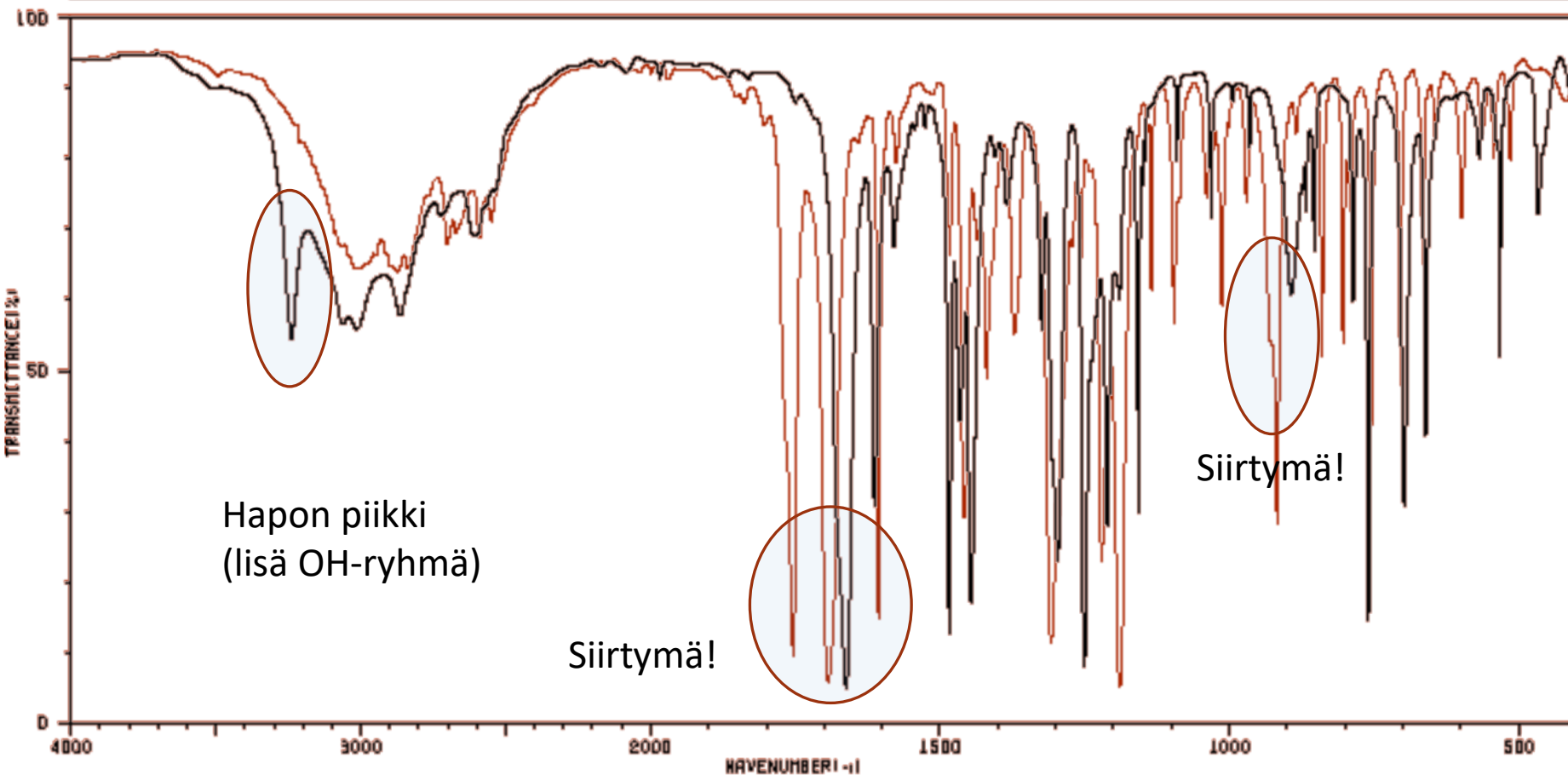
ppm

Aspiriinin synteesi ja epäpuhtauksien tunnistaminen



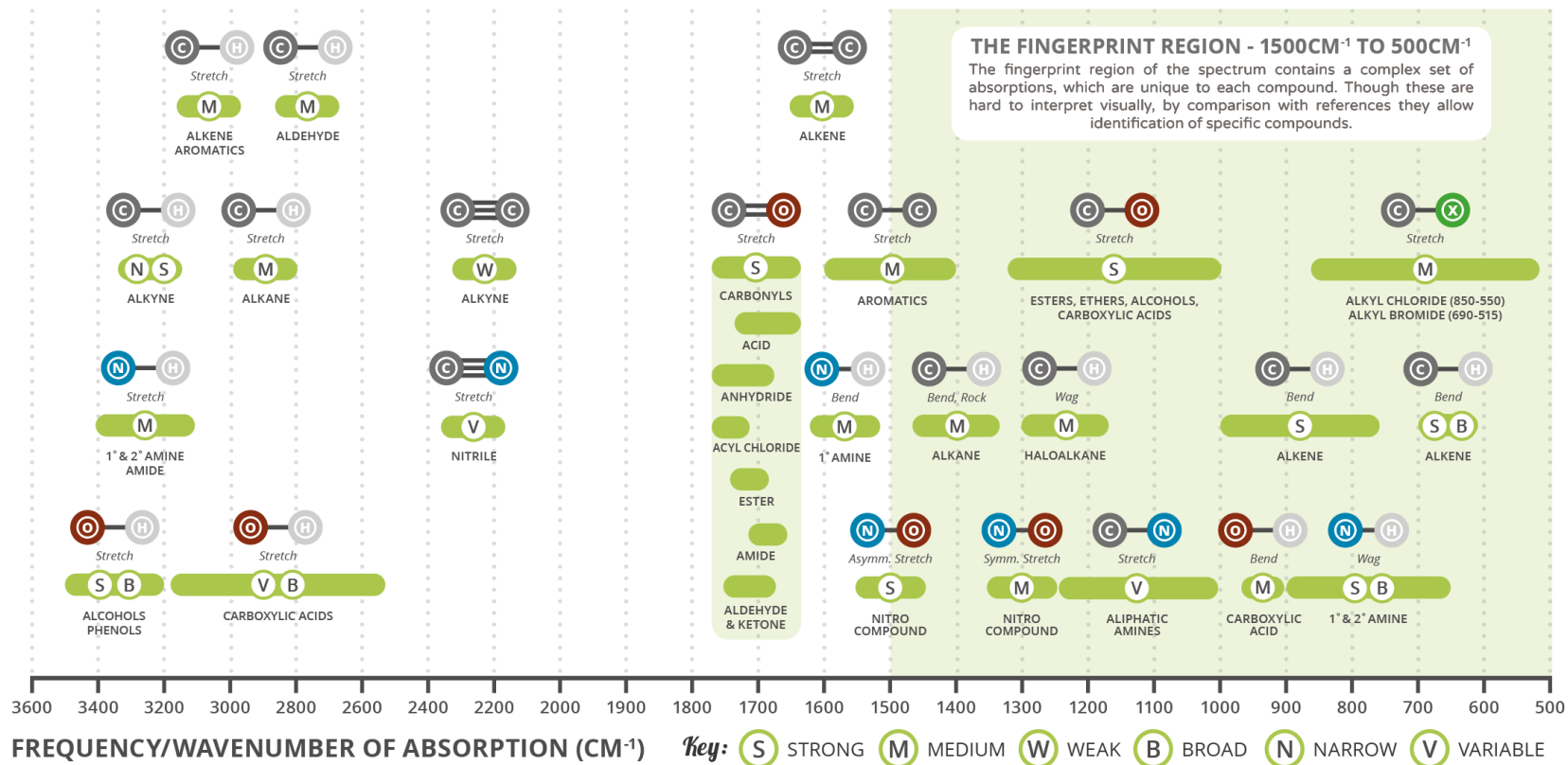


HIT-NO=1930	SCORE= ()	SDBS-NO=5149	IR-NIDA-08453 : KBR DISC
SABICYCLIC ACID			
$C_9H_8O_3$			



ANALYTICAL CHEMISTRY - INFRARED SPECTROSCOPY

Commonly referred to as IR spectroscopy, this technique allows chemists to identify characteristic groups of atoms (functional groups) present in molecules.



Infrared frequencies make up a portion of the electromagnetic spectrum. If a range of infrared frequencies are shone through an organic compound, some of the frequencies are absorbed by the chemical bonds within the compound. Different chemical bonds absorb different frequencies of infrared radiation. There are a number of characteristic absorptions which allow functional groups (the parts of a compound which give it its particular reactivity) to be identified. This graphic shows a number of these absorptions.



© COMPOUND INTEREST 2015 - WWW.COMPOUNDCHEM.COM | Twitter: @compoundchem | Facebook: www.facebook.com/compoundchem
This graphic is shared under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives licence.



Opettajalle:

Miten valmistelen spektroskopiaa
hyödyntävän työn

Molekyylin rakennekaavan määrittämistehtävä



Millaista molekyylä haluat opiskelijoiden käsittelevän? Voi olla ajankohtainen / henkilökohtainen / tietyntyypinen (helppo, alkoholi, flavonoidi tms.) yhdiste, kts.

- 1. Molekyylin rakentaminen MarvinSketch –ohjelmalla
 - Saamme rakennekaavan piirrettynä (lopputulos)
 - Ohjelma antaa alkuaineiden prosentuaalisen koostumuksen (lähtötiedot)
 - Ohjelma antaa myös auttavan massaspektrin (MS-spektri)
- 2. Laaditaan tehtävänanto, esim. *Aine sisältää hiiltä C (81.07%), vetyä H (4.54%), ja happea O (14.40%), määritä aineen rakennekaava. Aineen massaspektri on ohessa.*

Haetaan spektrit esim. SDBS-spektrikirjastosta, myös MarvinSketch –ohjelma ja Molview.org –ohjelma antavat spektrejä.

- 3. Hae spektri osoitteesta <http://sdfs.db.aist.go.jp> (SDBS-spektrikirjasto), mikä mahdollistaa moolimassan määrittämisen molekyylille
- 4. Hyödynnetään lisätieto esim. funktionaalisen ryhmän tai ryhmien olemassaolosta

Työn vaiheet



Meillä on tuntematon aine, vaikuttaisi sokerilta

1. Koostumus: C (40,00%), H (6,71%), O (53,28%)

→ ainemäärien suhteet, ... EMPIIRINEN KAAVA

2. (aputieto: $C_6H_{12}O_6$, empiirinen kaava CH_2O)

→ Haetaan massaspektri (annetaan 2.vaiheessa)

→ MOLEKYYLIIKAAVA

3. Rakennekaavan määrittäminen

→ IR-spektri, NMR-spektri (haetaan samalla kertaa kuin massaspektri)

4. MarvinSketch -piirros rakenteesta.

1. Molekyylin rakentaminen MarvinSketch-ohjelmalla, lähtötietojen keruu

(2-fenyylidikromoni tai 2-fenyyl-1-bentsopyraani-4-oni)



The screenshot displays the MarvinSketch 17.4.3 interface. The main window shows the chemical structure of 2-phenylchromone. An 'Elemental Analysis Options' dialog box is open, with the 'OK' button highlighted. The 'Elemental Analysis' panel on the right shows the following data:

- Molecular weight: 222,243
- Exact molecular weight: 222,068079562
- Formula: $C_{15}H_{10}O_2$
- Dot-disconnected formula: $C_{15}H_{10}O_2$
- Composition: C (81.07%), H (4.54%), O (14.40%)
- Atom count: 27
- Mass spectrum [m/z: relative abundance]: 222: 1.00 223: 0.16 224: 0.02

A mass spectrum plot is shown below the data, with the x-axis labeled 'm/z' and the y-axis labeled 'relative abundance'. The base peak is at m/z 222. The plot also shows the chemical structure of 2-phenylchromone.

2. Tehtävänanto



Aine sisältää hiiltä C (81.07%), vetyä H (4.54%), ja happea O (14.40%), määritä aineen rakennekaava. Aineen massaspektri on ohessa.

massaspektri

Laskut – suhdekaavan määrittäminen (laskeminen)



$n = m/M$, oletetaan massaksi 100 g

$$\text{C: } 81,07\text{g} / 12,01 \text{ g/mol} = 6,7502 \text{ mol}$$

$$\text{H: } 4,54\text{g} / 1,008 \text{ g/mol} = 4,5039 \text{ mol}$$

$$\text{O: } 14,40\text{g} / 16,00 \text{ g/mol} = 0,9000 \text{ mol}$$

$$\text{C: } 6,7502 / 0,900 \rightarrow 7,500 \rightarrow 15$$

$$\text{H: } 4,5039 / 0,900 \rightarrow 5,004 \rightarrow 10$$

$$\text{O: } 0,9000 / 0,900 \rightarrow 1,000 \rightarrow 2$$

C : H : O = 15:10:2 eli
suhdekaava on $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_2$

Massaspektrit



MarvinSketch:

Molview:

Elemental Analysis

Molecular weight: 222,243

Exact molecular weight: 222,068079562

Formula: $C_{15}H_{10}O_2$

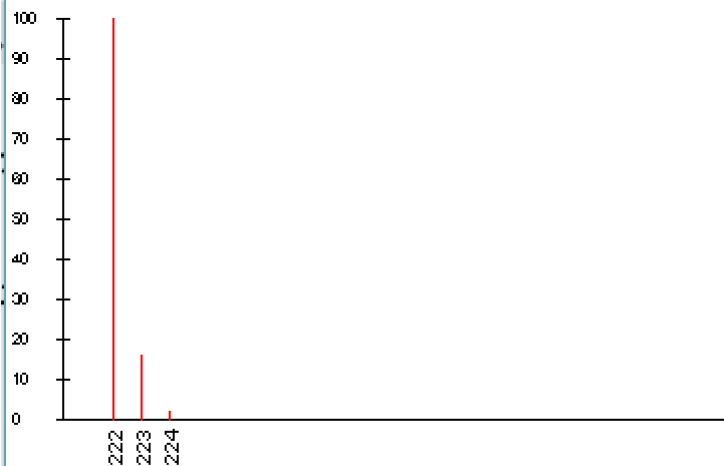
Dot-disconnected formula: $C_{15}H_{10}O_2$

Composition: C (81.07%), H (4.54%), O (14.40%)

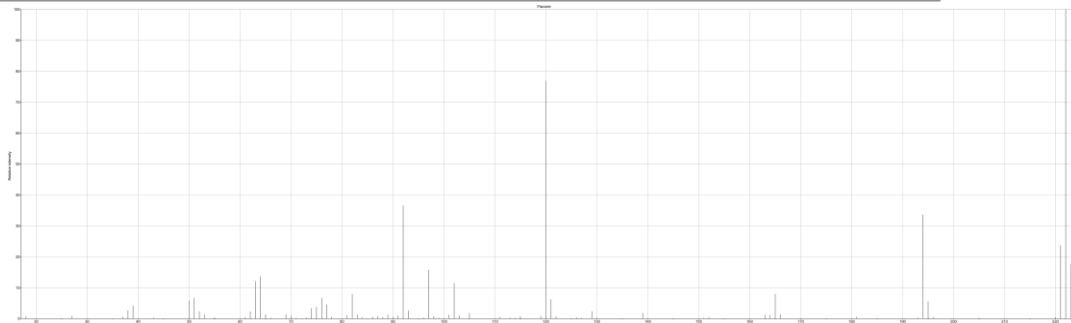
Atom count: 27

Mass spectrum [m/z: relative abundance]:

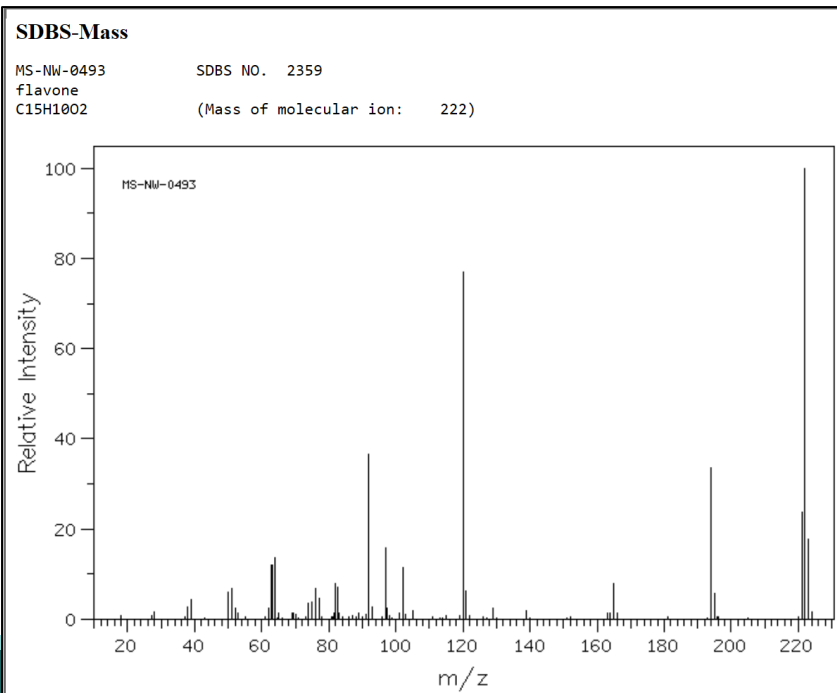
222: 1.00 223: 0.16 224: 0.02



×



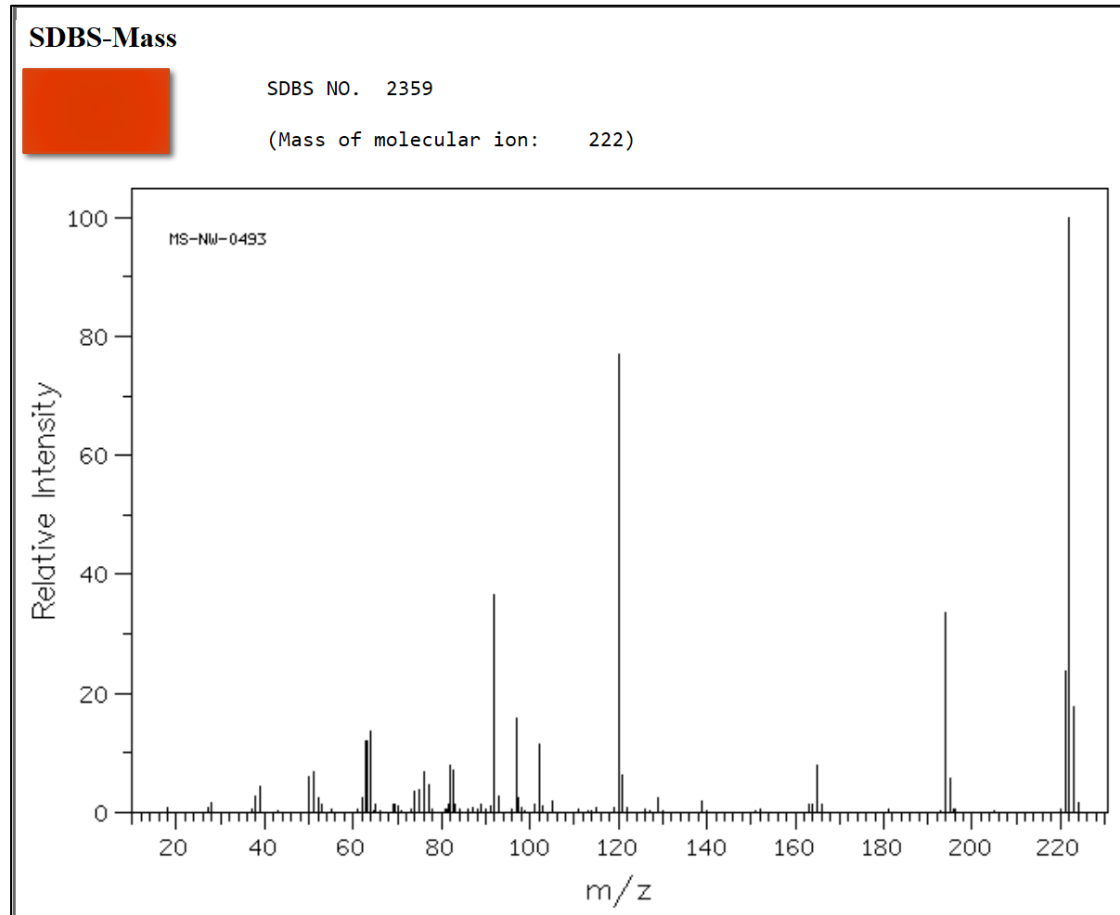
SDBS:



2. Tehtävänanto



Aine sisältää hiiltä C (81.07%), vetyä H (4.54%), ja happea O (14.40%), määritä aineen rakennekaava. Aineen massaspektri on ohessa.



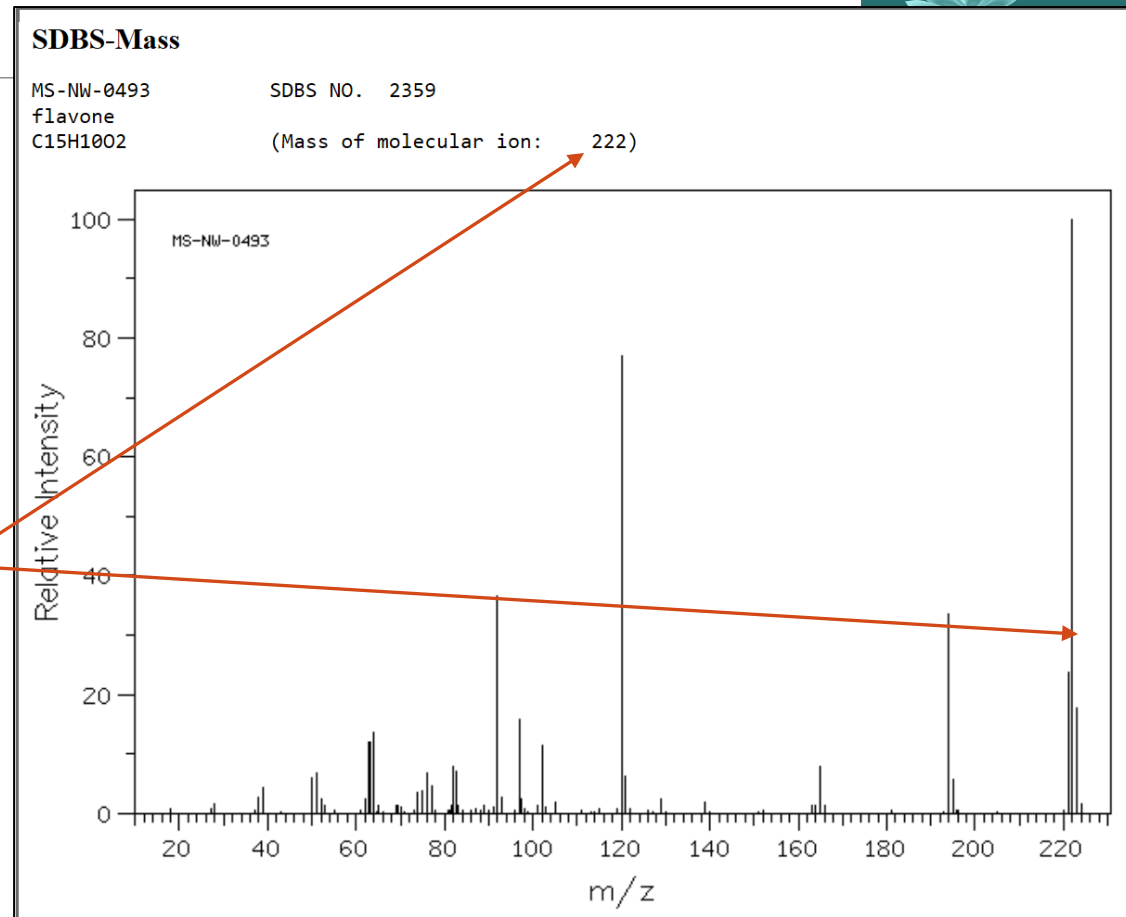
3. Molekyylikaavan määrittäminen



Molekyylikaavan määrittäminen vaatii empiirisen kaavan (suhdekaavan) ja moolimassan tuntemisen

Massaspektri antaa moolimassan.

Tehtävässä moolimassa on 222 g/mol eli empiirinen kaava on sama kuin molekyylikaava.



Funktionaalisen ryhmän tunnistaminen

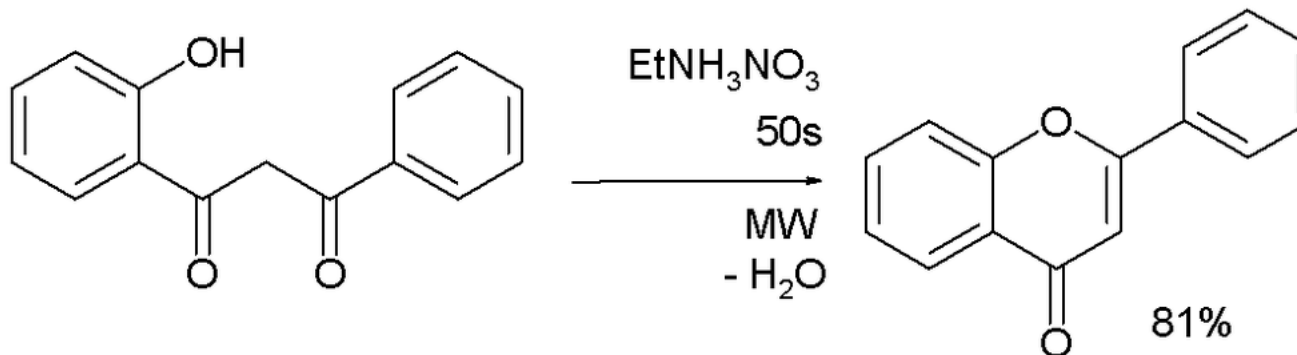


(tässä tapauksessa) *IR-spektri osoittaa selkeästi karbonyyliryhmän olemassaolon*, tähän voisi viitata antamalla IR-spektrin (vaihtoehto 1), ...

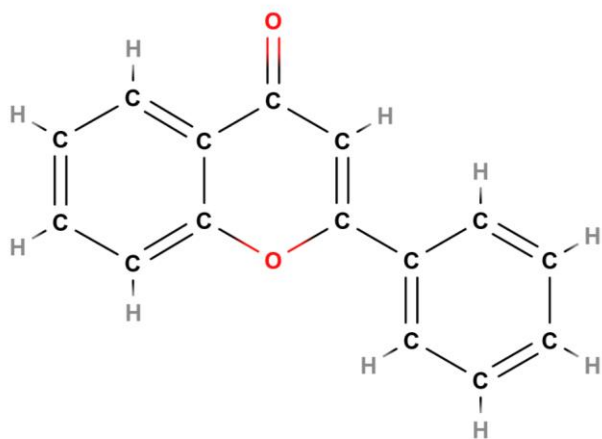
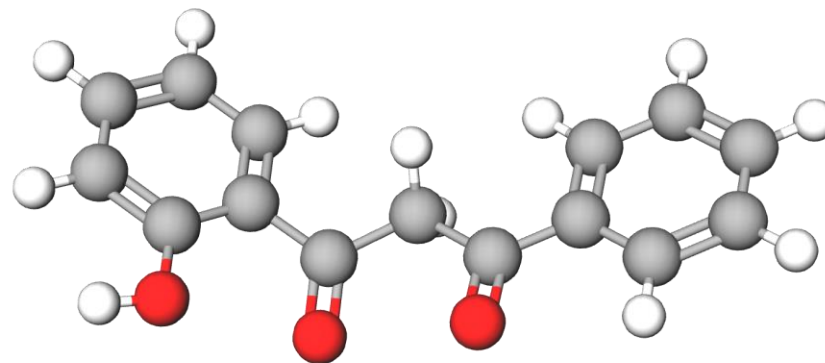
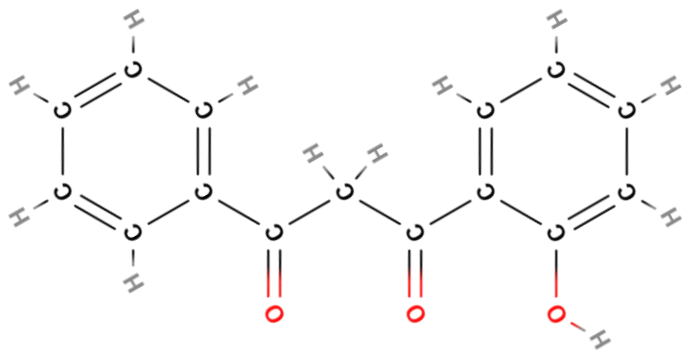
Yhdisteellä on UV-spektri, joka viittaa kromoforien (väriä tuottava osa) olemassa oloon → aromaattinen, pitkät delokalisoituneet ketjut...

- Hiiliatomien lukumäärä suhteessa vetyatomien määrään → aromaattinen (tai kaksois- ja kolmoissidoksia)

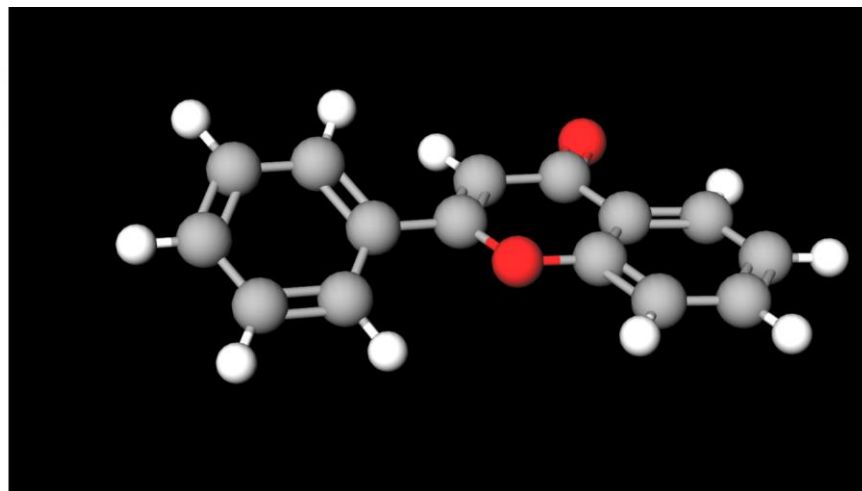
Lähtöaineena on jonkinlainen 1,3-diaryylidiketoni (kuva alla, reaktion lähtöaine) ja todetaan että molekyylien sisäisen reaktion jälkeen IR-spektri osoittaa, että reaktiotuotteella ei ole hydroksyyliiryhmää ja karbonyyliryhmiä ei ole kuin yksi ja delokalisoitunut tila leviää pitemmälle molekyyliin ...



Molview-kuvat



F
Cl
Br
I
...

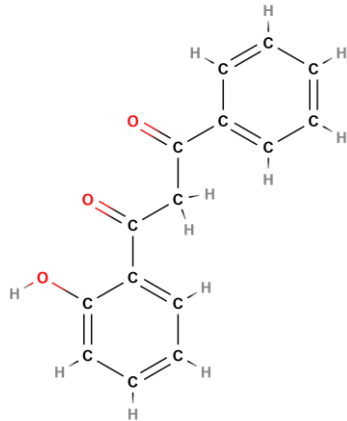


2. Tehtävänanto



Aine sisältää hiiltä C (81.07%), vetyä H (4.54%), ja happea O (14.40%), määritä aineen rakennekaava. Aineen massaspektri on ohessa.

IR-spektri osoittaa, että yhdisteellä on yksi karbonyyliryhmä ja yksi eetteriryhmä (fenolinen). Lähtöaine on yhdiste, jonka rakennekaava on viereinen.

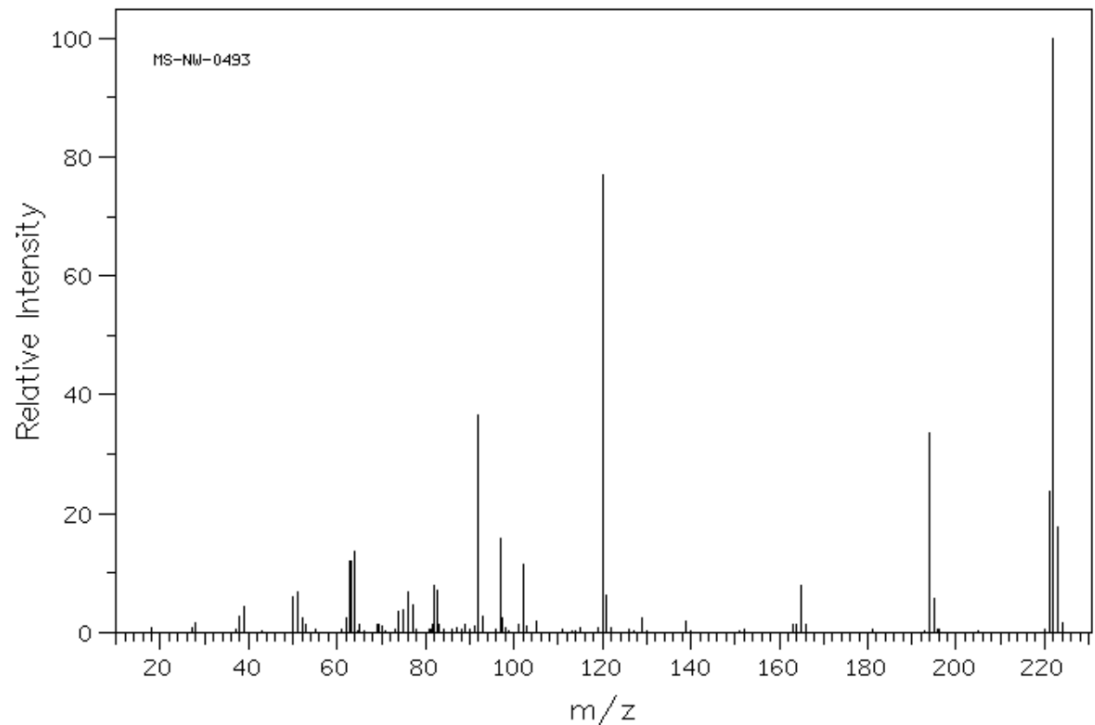


...

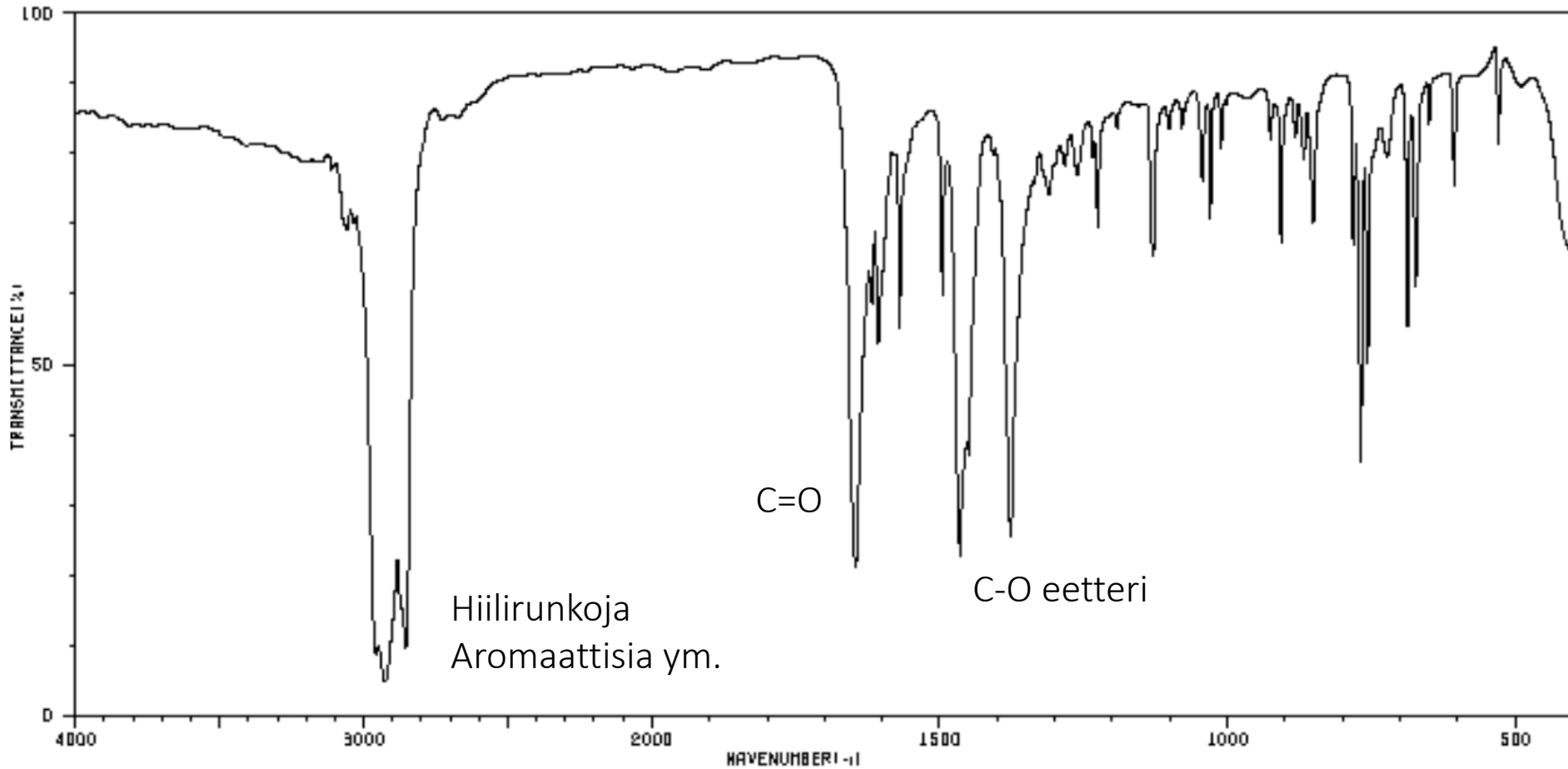
SDBS-Mass

SDBS NO. 2359

(Mass of molecular ion: 222)



IR-spektri





NMR-spektroskopia

Laitteen esittely, perusteet (engl.): <https://youtu.be/uNM801B9Y84> (8:42)

NMR:n teoriaa (engl.): <https://youtu.be/RZLew6Ff-JE> (6:48)

Kemiallisen siirtymän laskeminen

← → ↻ 🏠 📁 <https://www.stolaf.edu/depts/chemistry/courses/toolkits/380>

¹H NMR Aromatic Chemical Shift Calculator

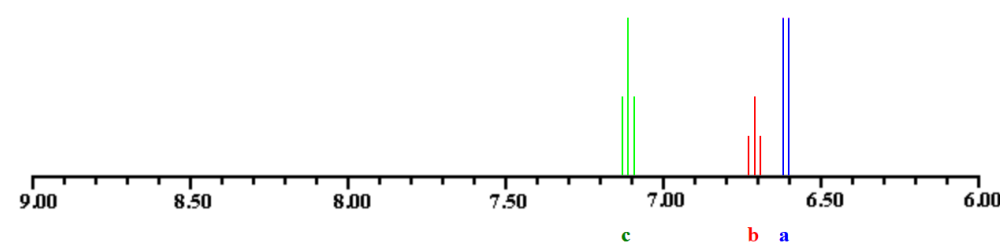
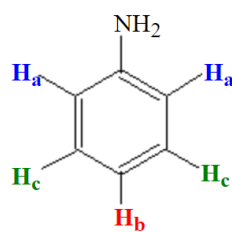
Select a compound from the list below and click on 'Show', or select a group and then click **on the carbon** where you want the group to appear. Click twice to remove a group.

Compounds:

Group for point-and-click:

MHz: 60 90 200 300 400 600

[2nd Order](#) [list](#) [print](#) [test lines](#) [check SDBS](#)

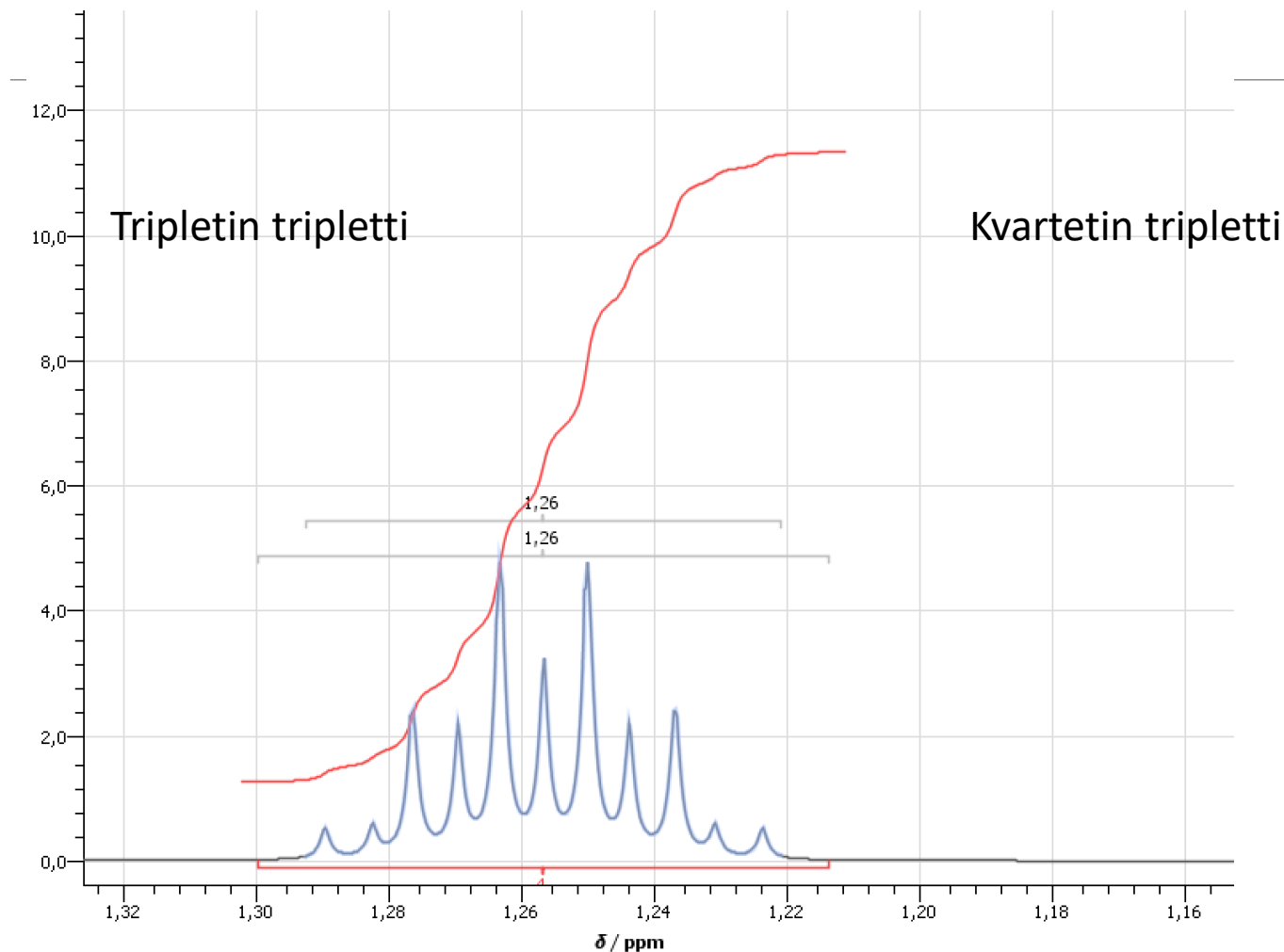


Peak listing: [top](#)

```
aniline C6H7N
1: NH2
2: H_a
3: H_c
4: H_b
5: H_c
6: H_a

ppm   int   type   J   assignment
6.61   2     d      7.5  H_a
6.71   1     t      7.5  H_b
7.11   2     t      7.5  H_c
```

NMR-spektriesimerkkejä



Spektrien tulkintaa

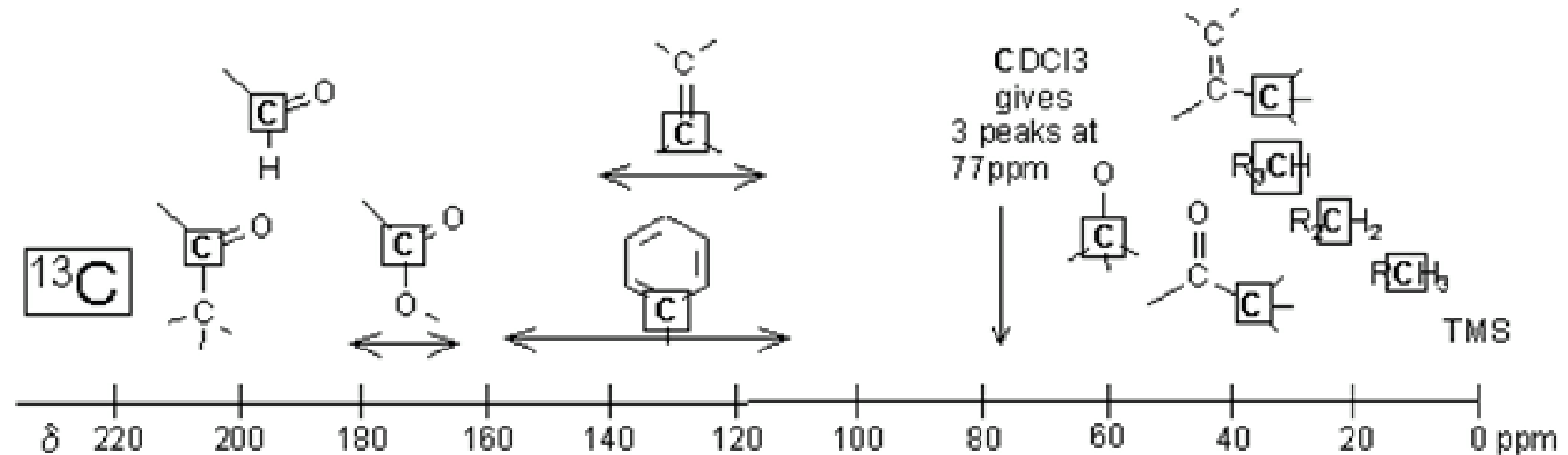
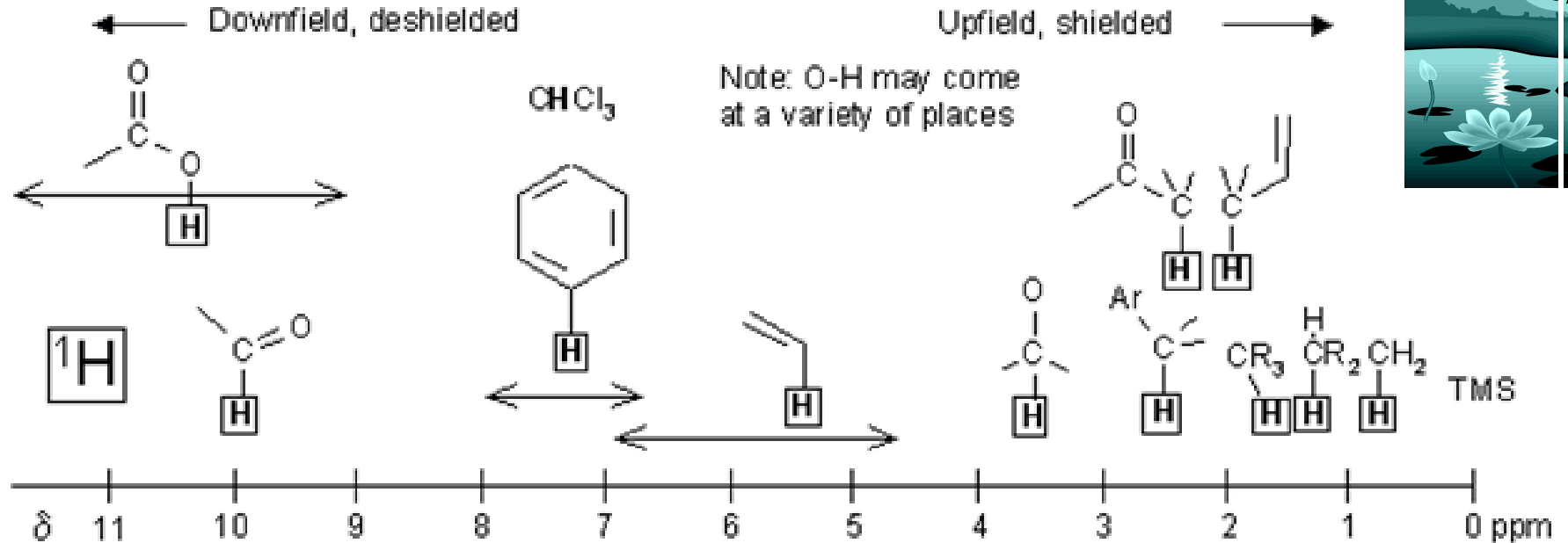
(MAOL-taulukko, v2013, s. 148)



Tyypillisiä kemiallisia siirtymiä ^1H NMR-spektrissä suhteessa tetrametyylisilaaniin (TMS).

H-ytimen ympäristö	Selite	Kemiallinen siirtymä ppm
R-CH ₃	Primäärinen	0 – 4
R ₂ CH ₂ tai R ₃ CH	Sekundäärinen tai tertiäärinen	1,5 – 4,5
ROH	Alkoholi	0,5 – 8
RNH ₂	Amiini	1 – 6
C≡C-H	Alkyyni	2,5 – 3
XC-H	Alkyylihalidi (X=Br, Cl, I, F)	2,5 - 4,5
C=C-H	Alkeeni	4 – 8
Ar-H	Aromaattinen yhdiste	6 – 10
RCHO	Aldehydi	8 – 10
RCOOH	Karboksyylihappo	9 - 13

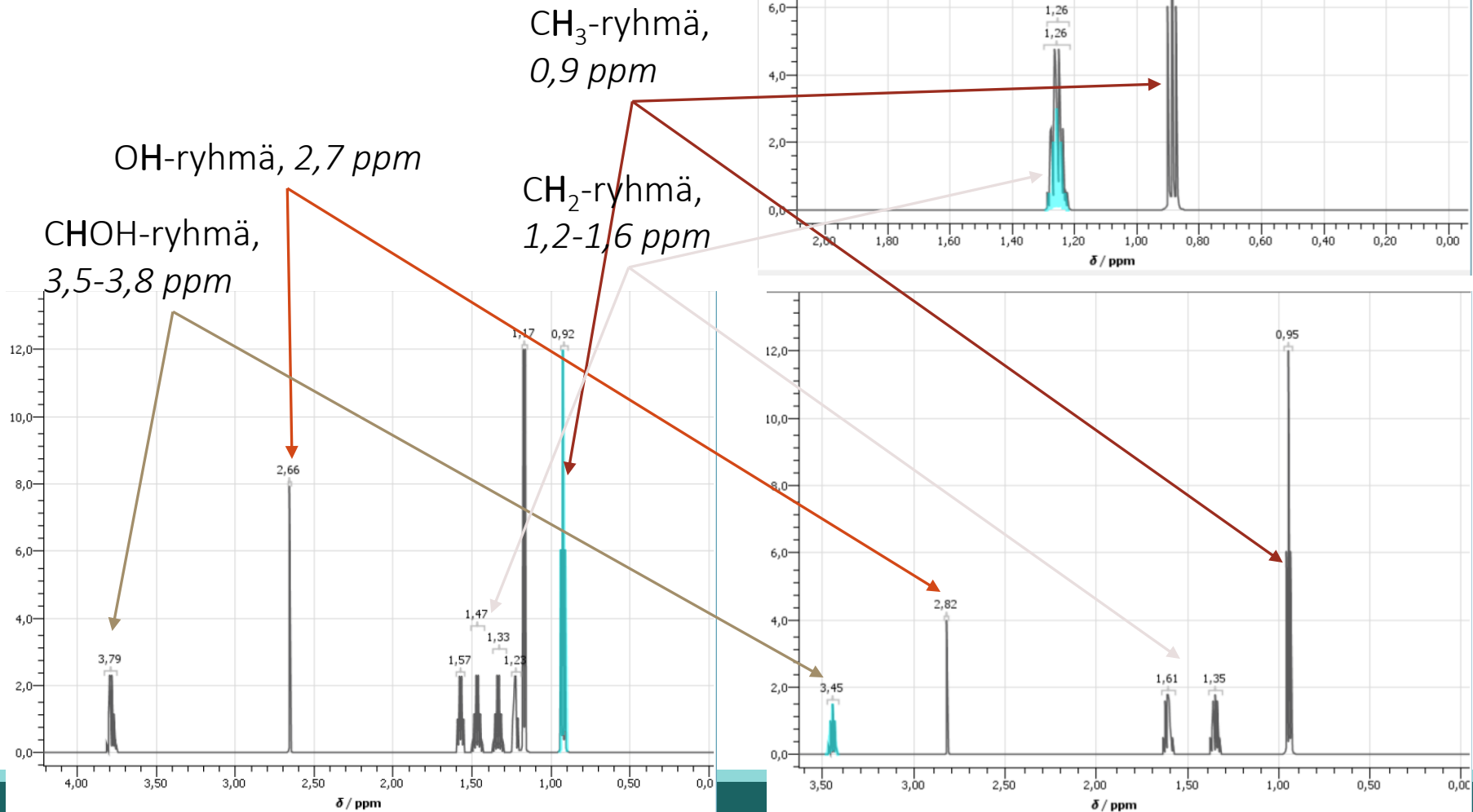
Fig. 3: CHEMICAL SHIFT SCALES



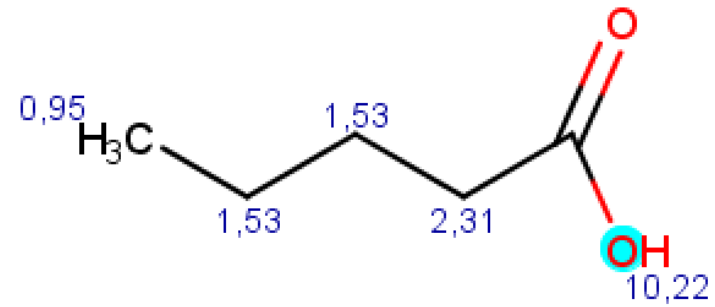
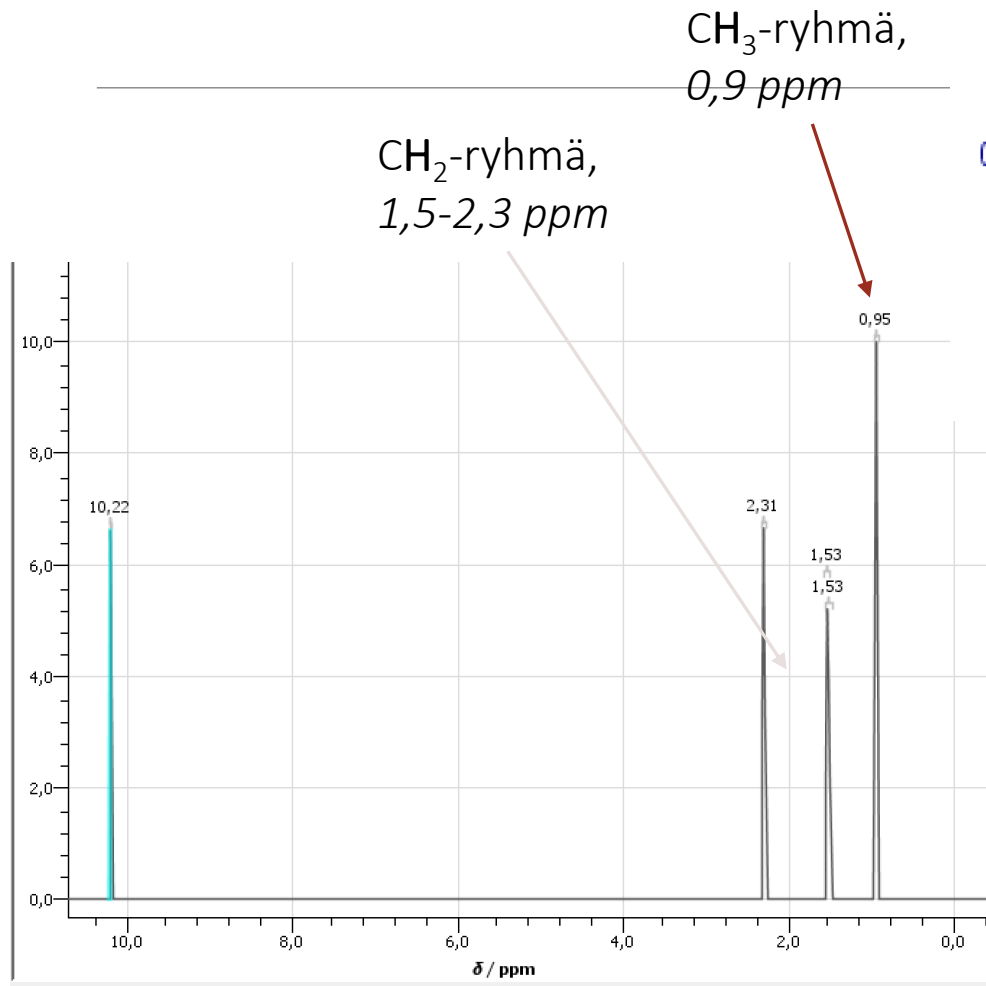
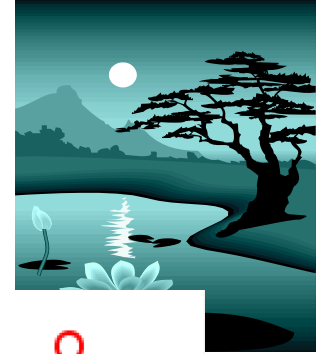
Pentaani

2-Pentanol

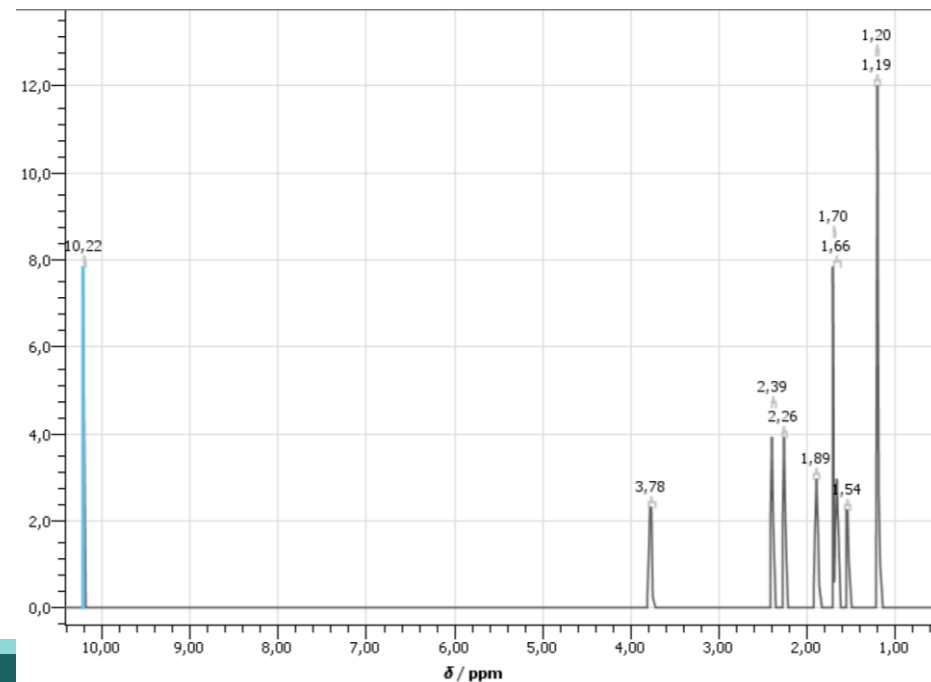
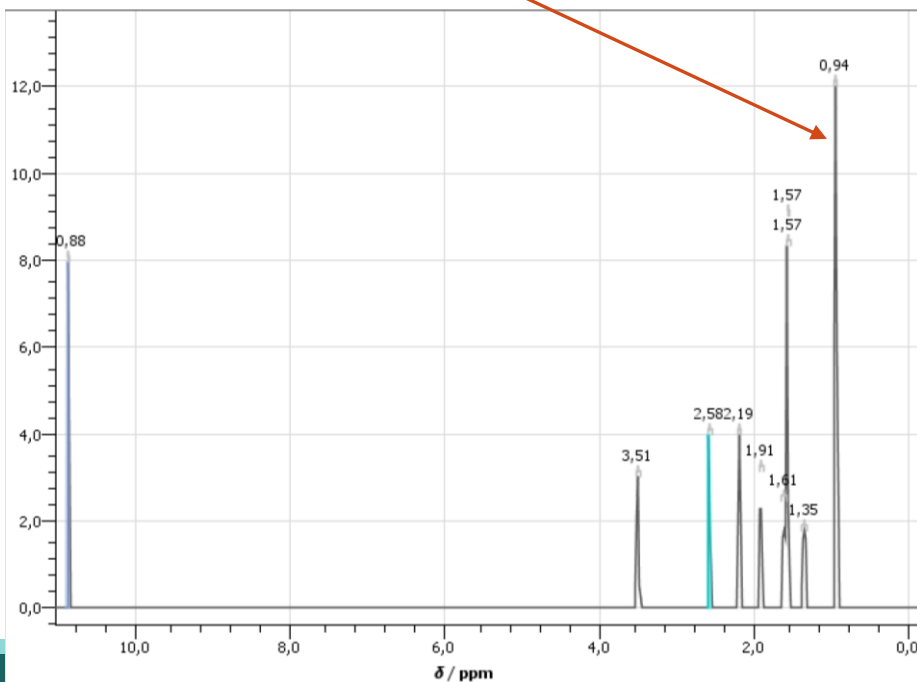
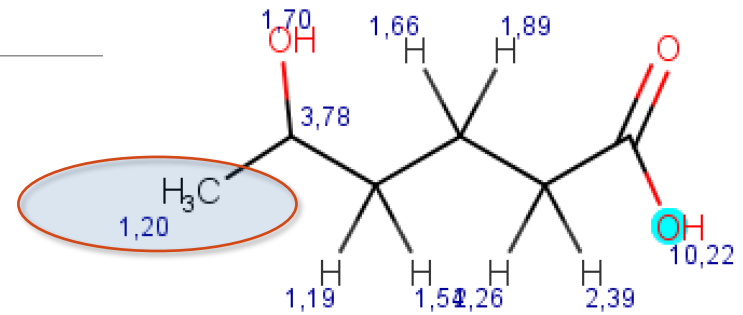
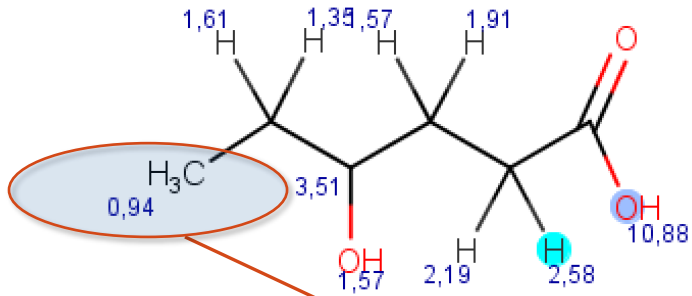
3-Pentanol



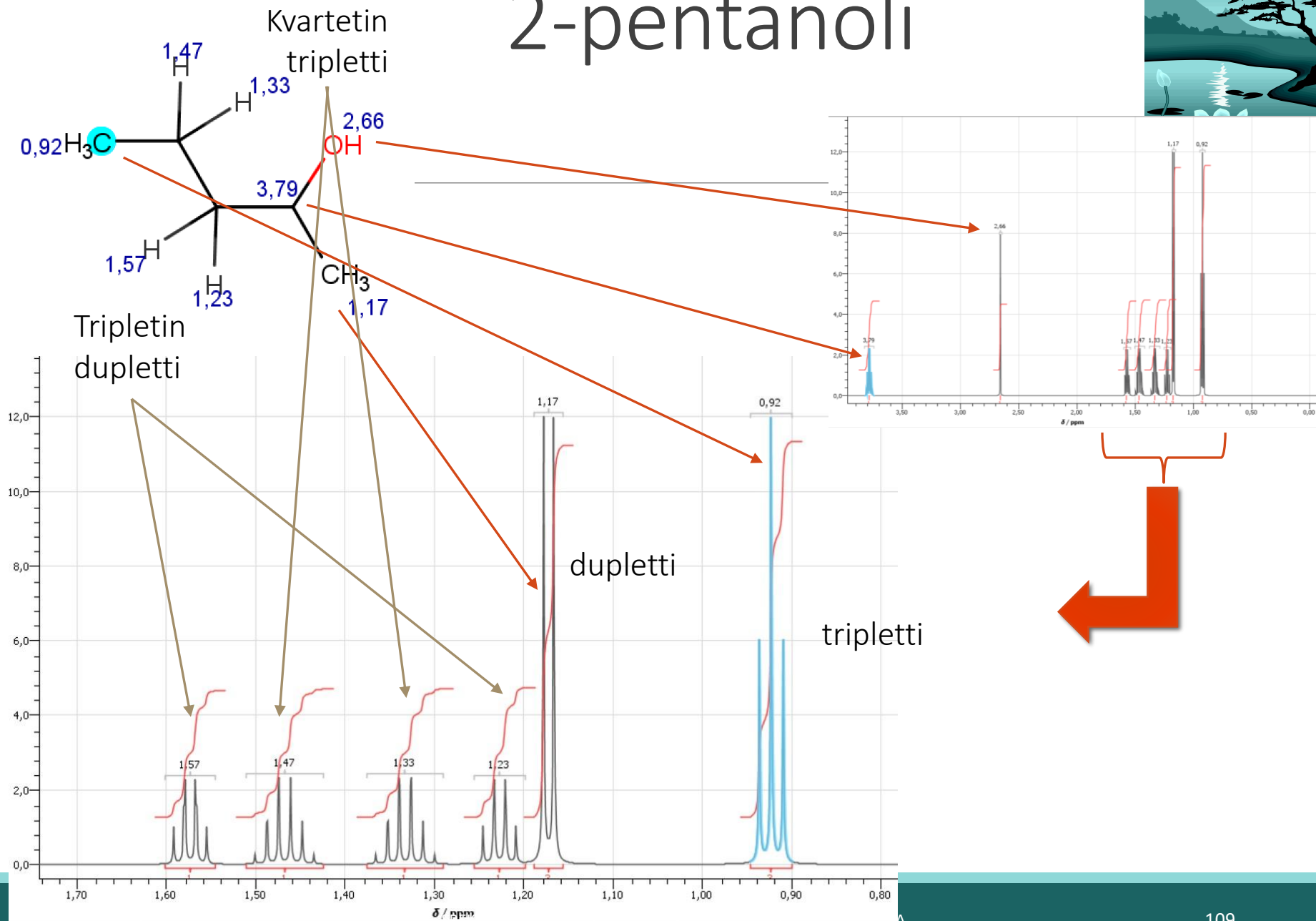
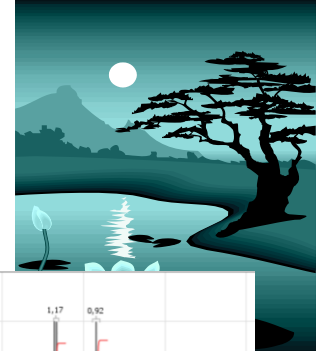
Pentaanihappo



Mikä ero molekyyleissä?



2-pentanol



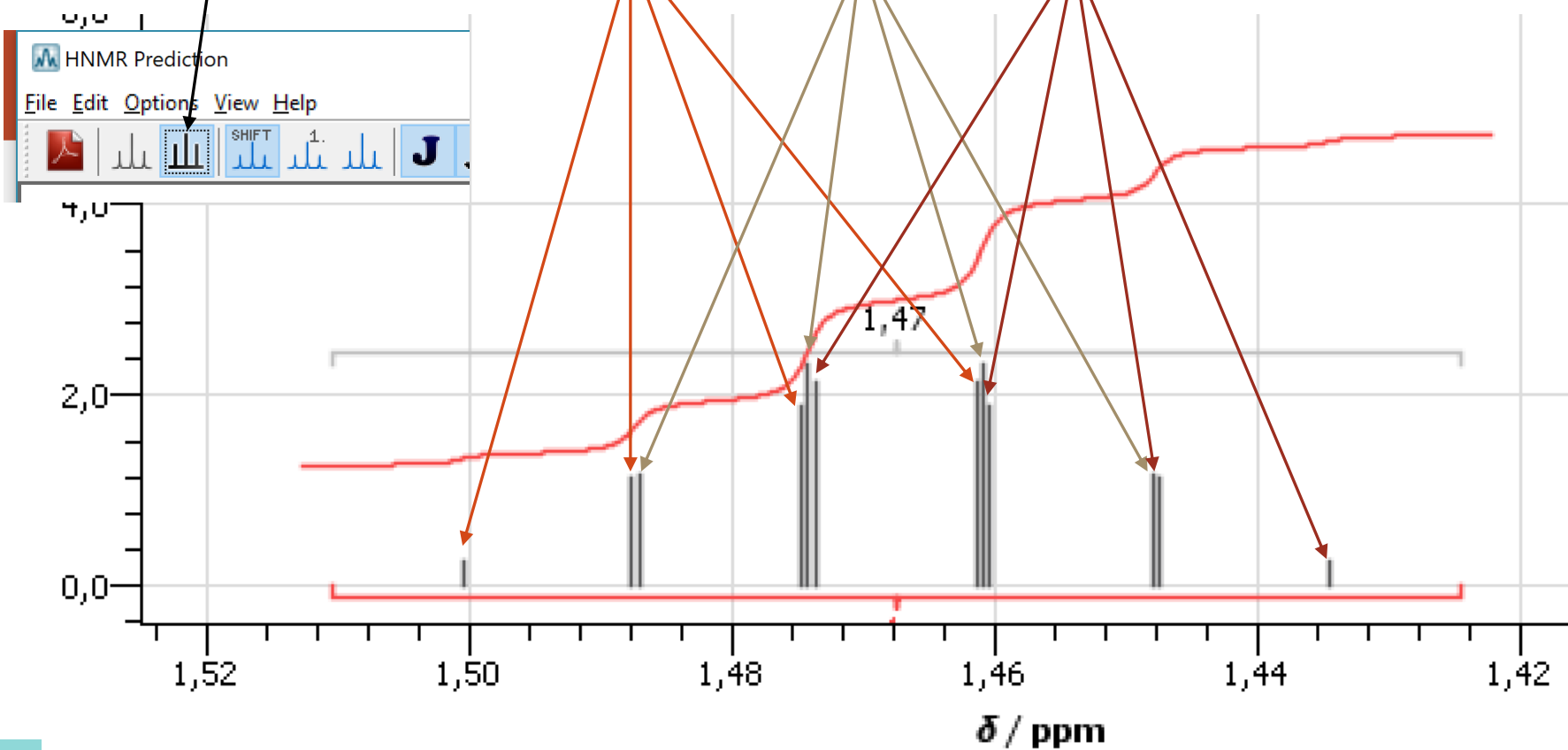
2-pentanolin tarkempi tulkinta



Kvartetin tripletti

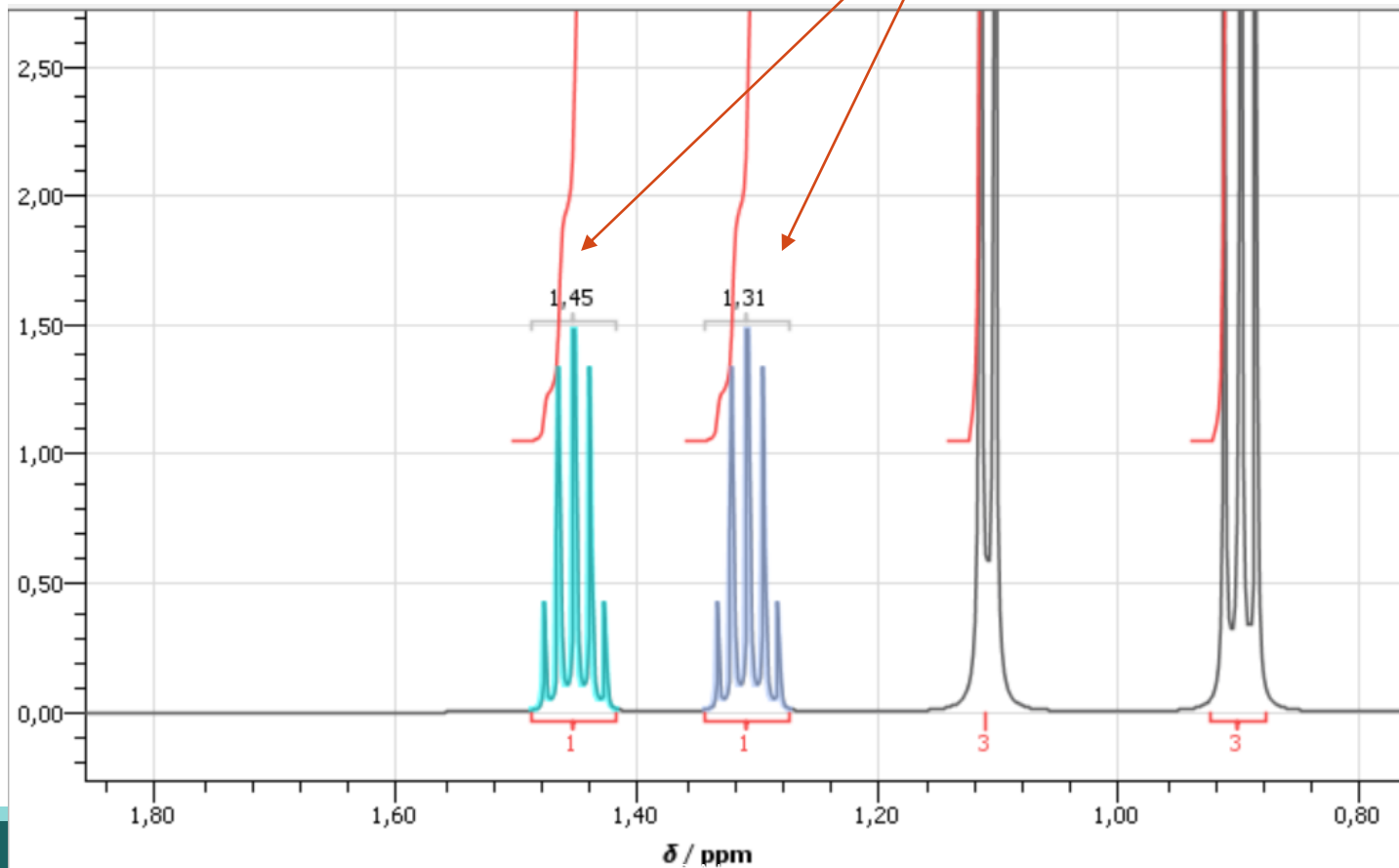
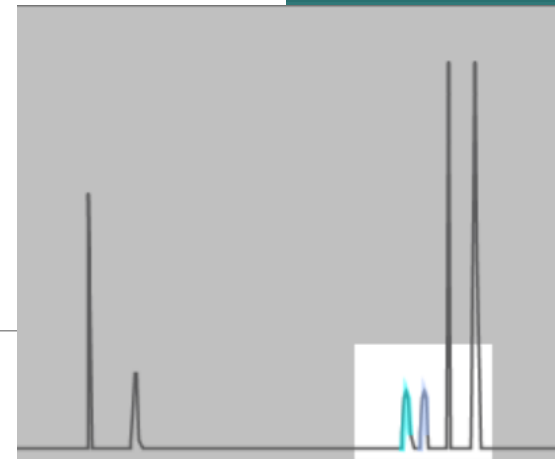
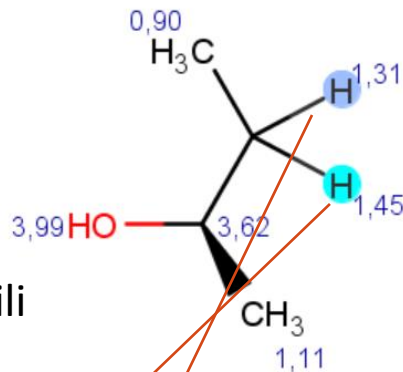
Line spectrum

1.kvartetti / 2.kvartetti / 3.kvartetti



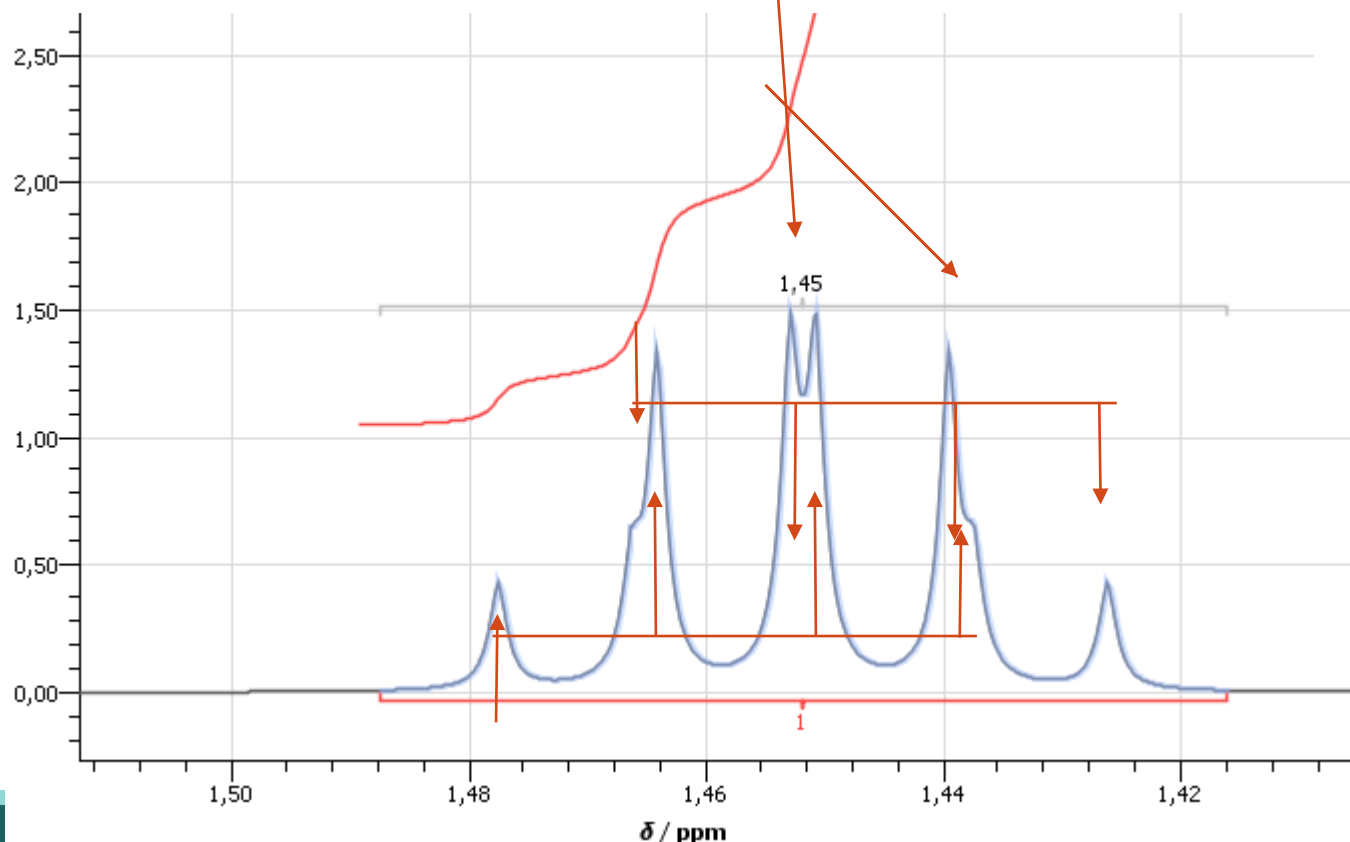
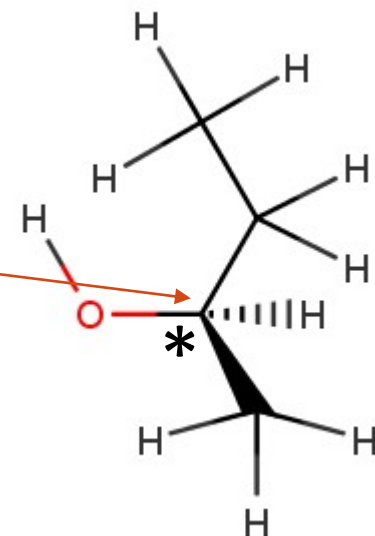
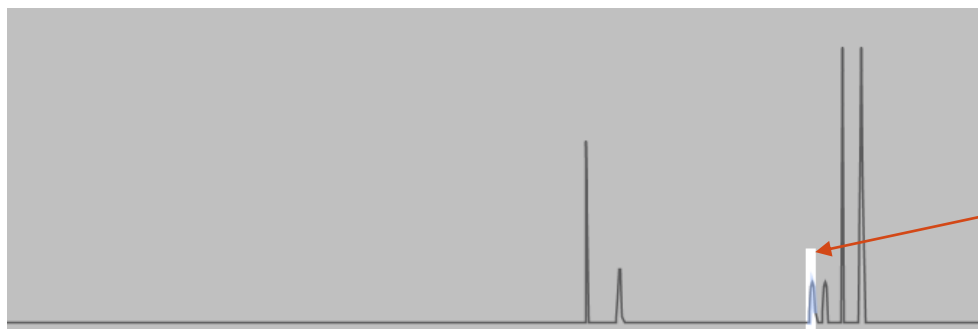
2-butanoli

3.hiilen vedyt muodostavat kaksi erillistä piikkiryhmää, koska naapurihiili on kiraalinen



2-butanoli

Kiraalisen hiilen vety aiheuttaa kaksi erillistä piikkiä

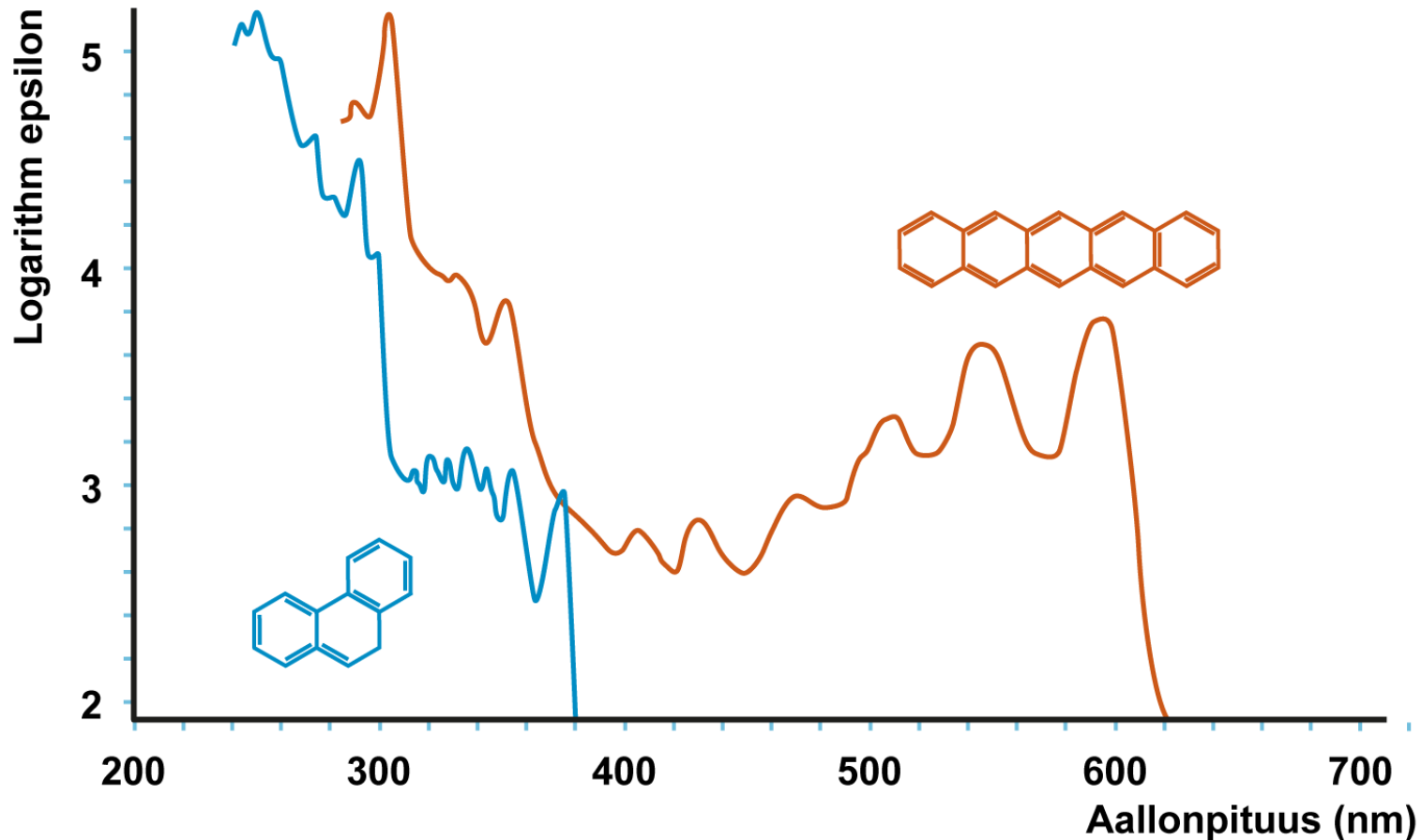


Piikkiryhmästä löytyy loppujen lopuksi 2 kpl kvartetteja. Eli yhdessä naapuri hiilessä on kolme (→ kvartetti) ja yhdessä yksi (dupletti)



UV-spektroskopia ja standardisuoran käyttö pitoisuuden määrittämisessä

Orgaanisten molekyylien UV-vis-spektrit - konjugoituminen



PhET simulointi



Wavelength: 511 nm
 preset variable

cm 1 2

Solution: ■ $K_2Cr_2O_7$: Potassium dichromate ▲

Concentration: 193 μ M 0 500

0.05
 Transmittance
 Absorbance

Kvantitatiivinen mittaus UV-spektrofotometrillä



1. VAIHE

Valmista kaksi ”eriväristä” standardisuolaliuosta

- Kuparisulfaatti-liuos (0,01 M)
- Kobolttinitraatti –liuos (0,01 M)

Valmista ko. liuoksista kaksi uutta liuosta laimentamalla niitä niin, että saadaan konsentraatiot 0,005 M ja 0,002 M

Ota spektrofotometri käyttöön

- <https://schoolstore.fi/mittaaminen/>
- tee kalibrointi puhtaalla vedellä (kyvetti täytetään vedellä)

2. VAIHE

Aja vertailuspektrit (Vis-spektri) alkuperäisistä liuoksista

Valitse spektristä kohta, josta määrität absorbanssin

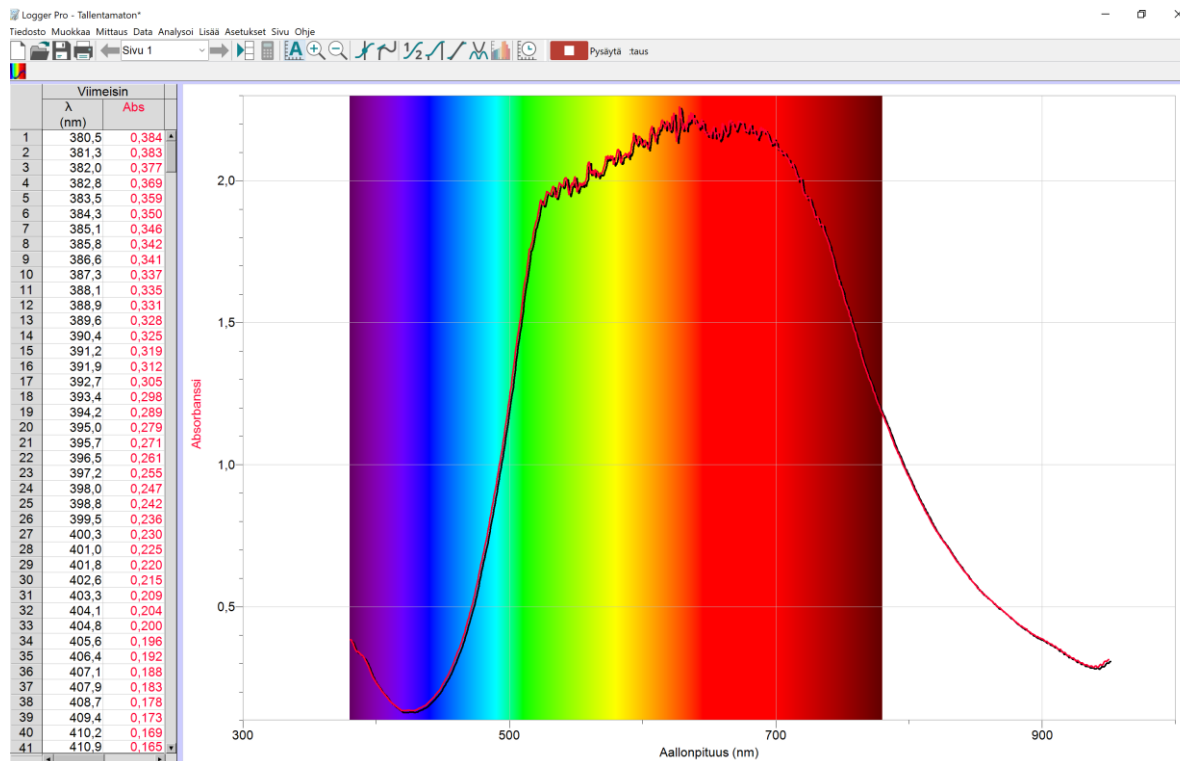
Mittaa absorbanssit kaikilla liuoksilla em. kohdasta

Laadi graafinen esitys, jossa on absorbanssi konsentraation suhteessa (standardisuora)

UV-spektrofotometrinen työ



KE2-kurssi: Tutkittavan kuparisulfaattiliuoksen pitoisuuden määrittäminen



Työvaiheet – Spektrofotometrinen työ



- 1. Standardiliuoksien valmistus**
(kuparisulfaatti CuSO_4 -liuokset). 0,050 M ja 0,010 M - CuSO_4 -liuokset. (katso teoria konsentraation määrittämisestä)
2. Näytteen käsittely (näyte valmiiksi laimennettu, x g/l).
- 3. Pitoisuuksien määrittäminen** – ajetaan UV-vis-spektrit standardiliuoksista ja näytteestä.
4. Laske, mikä on näyteliuoksen konsentraatio?
5. Laske, paljonko CuSO_4 -näytettä on liuotettu yhteen litraan ko. näytettä? Paljonko siinä on kuparia?

Konsentraation määrittäminen

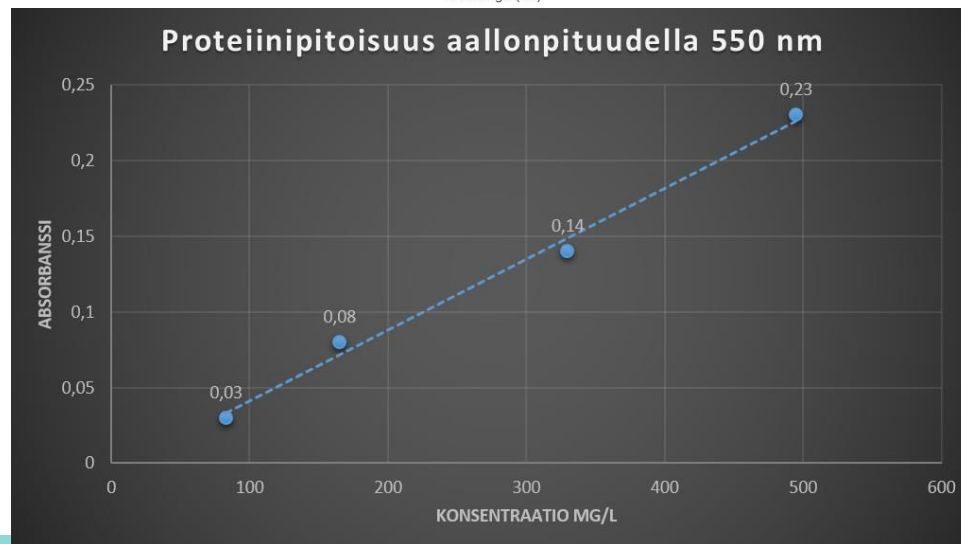
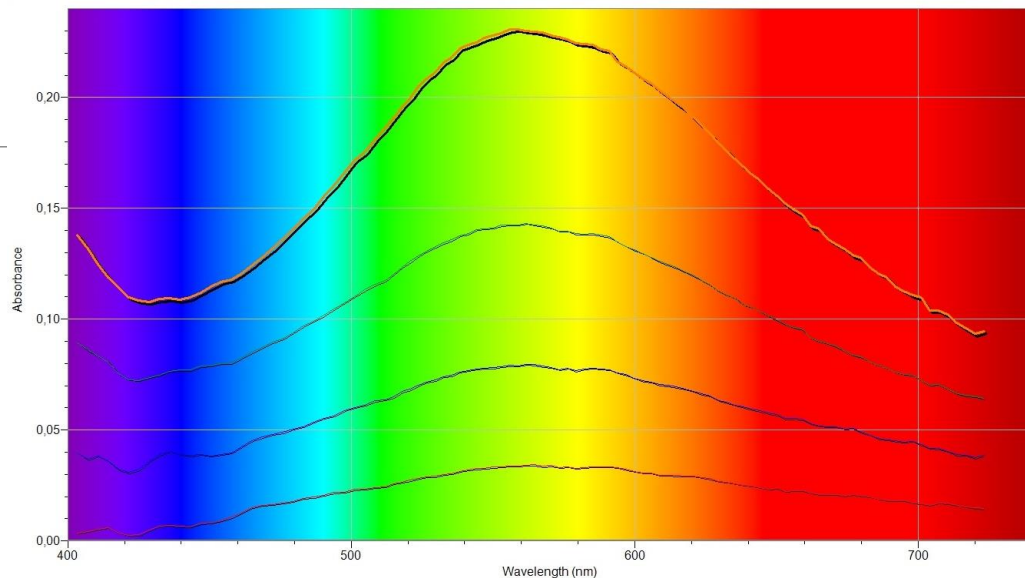


Konsentraation määrittäminen spektrofotometrillä tapahtuu vertaamalla tunnettujen pitoisuuksien absorbanssilukemia tutkittavan aineen absorbanssiin tietyllä aallonpituudella.

Aallonpituudeksi valitaan yleensä se aallonpituus, joka absorboi näytettä eniten.

Absorbanssin ja konsentraation yhteys voidaan selvittää laskennallisesti **Lambert-Beerin lain** avulla. Silloin kun valon kulkema matka näytteessä on vakio absorbanssin ja konsentraation arvot muodostavat lineaarisen suoran.

Suoralta voidaan määrittää tuntemattoman aineen konsentraatio asettamalla sen absorbanssin arvo suoralle



Työssä huomioitava - virhelähteitä



Spektrofotometrinen määrittäminen on altis monille virheille. Virheet johtuvat usein sekä laitteellisista että kemiallisista tekijöistä. Tässä muutama vinkki virheiden välttämiseksi:

Liuoksen tulee olla kirkas, jotta valo voi läpäistä näytteen. Samean liuoksen voi suodattaa kirkaammaksi.

Näytteen pitäisi olla tasalaatuinen, jotta absorbtiospektri olisi tarkka. Varmista, että kyvetissä ei ole kuplia. Kuplia voi yrittää poistaa napauttamalla kyvetiä kevyesti pohjasta.

Täytä kyvetiin sopivasti liuosta. Sopiva määrä on noin 3/4 kyvetillistä.

Muista tarkistaa, että kirkas puoli kyvetistä on puhdas ja kohti valonlähdettä. Rasvatahrat taittavat säteilyä väärään suuntaan.

Spektrofotometri ja LoggerPro



Kytke spektrofotometri USB-portin kautta kiinni tietokoneeseen, jossa on Logger Pro -ohjelma.

Avaa Logger Pro tietokoneelta.

Kalibroi spektrofotometri. Paina oikealta ylhäältä "Experiment" ja sieltä "Calibrate" (tai vastaavat suomeksi). Seuraa näyttöön tulevia ohjeita.



Lisätyö: Kiinteän kuparin määrittäminen



Kiinteä kupari ei ole vesiliukoinen. Se voidaan liuotta väkevään typpihappoon, jolloin muodostuu kuparinitraattia, typpidioksidia ja vettä oheisen reaktioyhtälön mukaisesti.



Syntyvä liuos on vihertävä, mutta kuparisulfaatista helposti valmistettavat vertailuliuokset ovat sinisiä. Lisättäessä kupariliuokseen ammoniakkia muodostuu sininen tetraammiinikupari(II)-ioni:



Lähteitä

Nelly Heiskasen blogikirjoitus:

<https://spektrofotometria.wordpress.com/2016/04/11/spektrofotometriasta/>

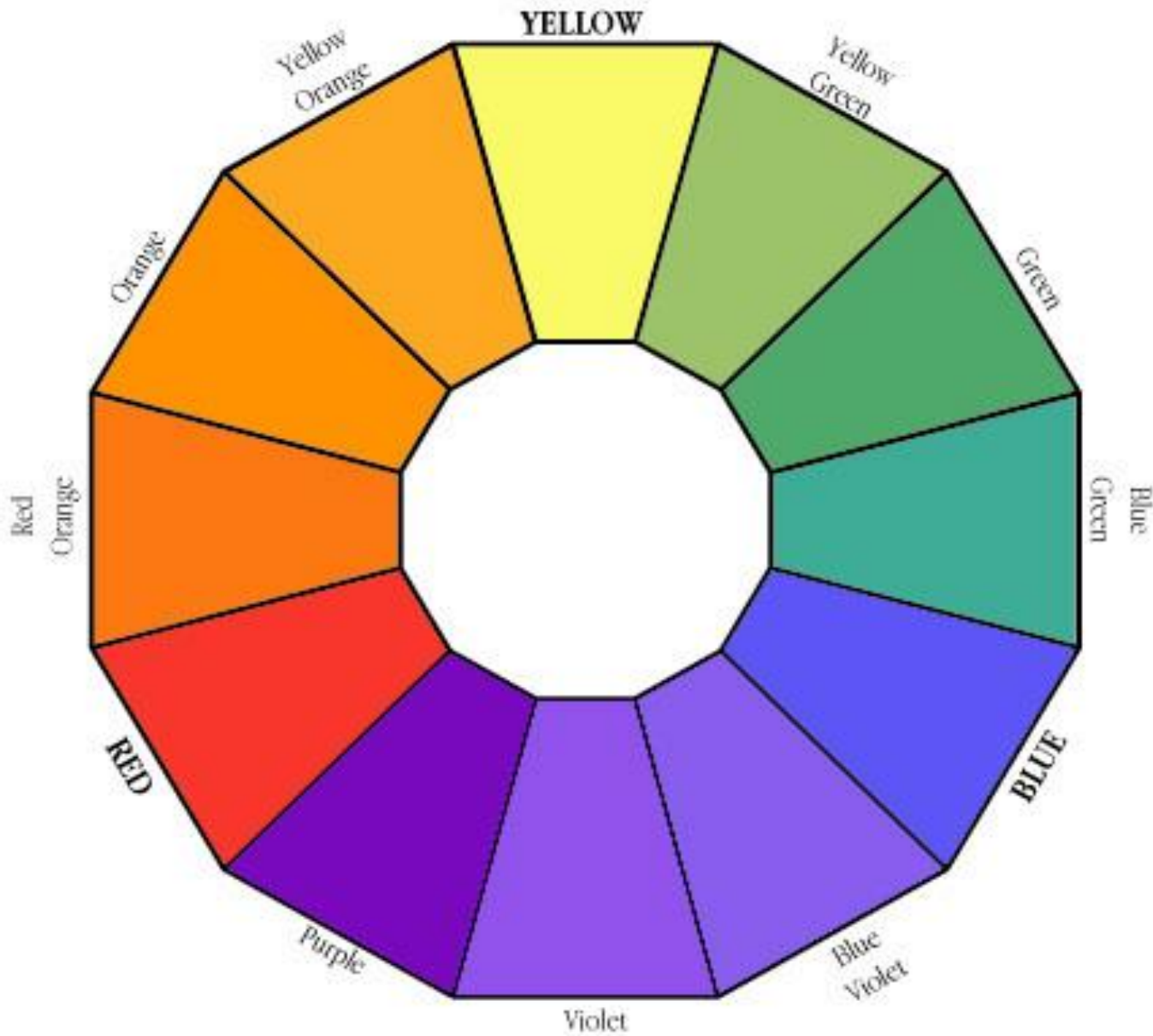


Teoriaa ja taustaa



UV-Vis -spektrofotometrialla on lukuisia erilaisia sovelluksia tutkimuskäytössä. Sitä käytetään mm. kliinisessä kemiassa, rikostutkimuksessa, prosessianalytiikassa, avaruuden kuvantamisessa ja satelliittimittauksissa, sekä ilmanlaadun ja ruoan laadun valvonnassa.

Spektrofotometriaa käytetään myös analyttisten erotuslaitteiden detektoreina, kuten esimerkiksi kromatografialla erotettujen analyttien tunnistamisessa.

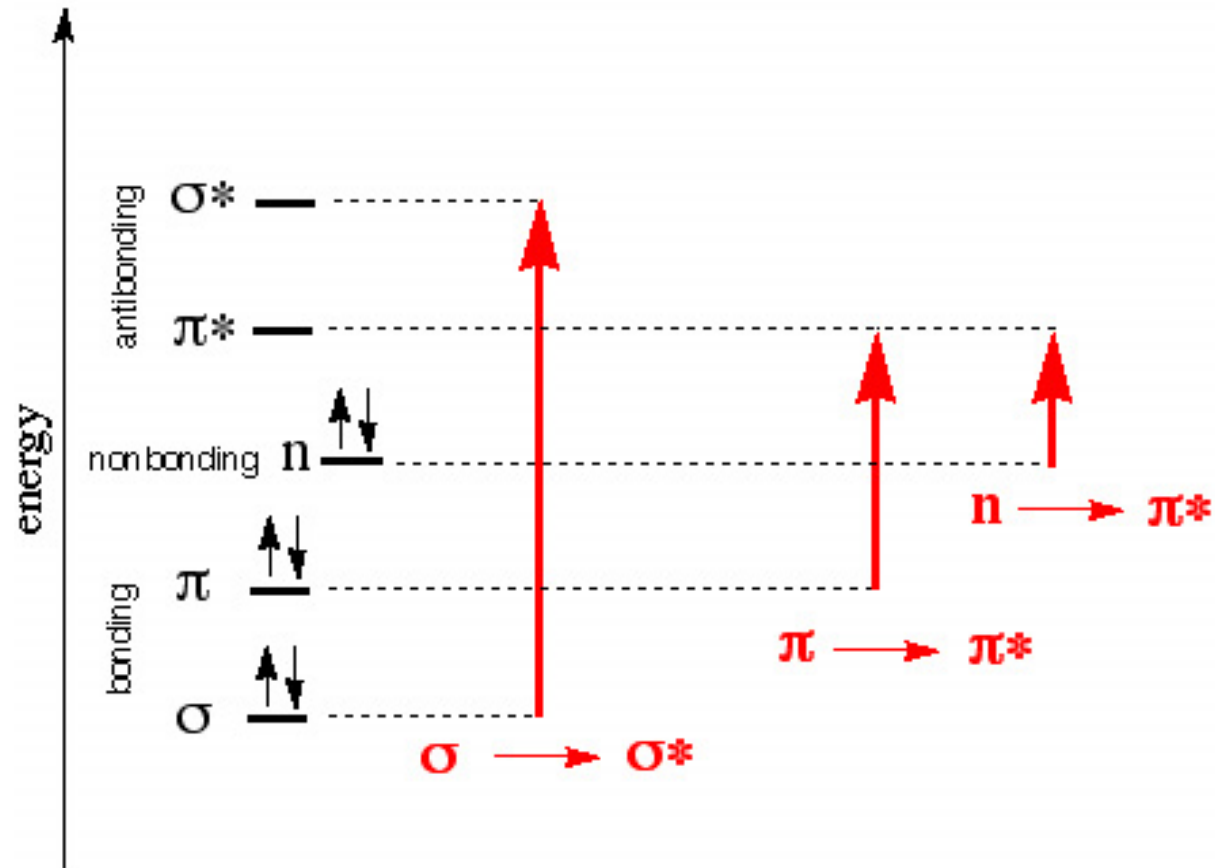


UV-VIS- spektrien tulkinnasta

UV-spektroskopian teoriaa



Syvennytään eri orbitaaleilla olevien elektronien virittäytymiseen



Proteiinin pitoisuusmäärittäminen



Blue solution	Green / yellow ppt	Orange red ppt	Brick-red ppt
----------------------	---------------------------	-----------------------	----------------------

None

Traces of reducing sugar

Moderate

Large amount of reducing sugar



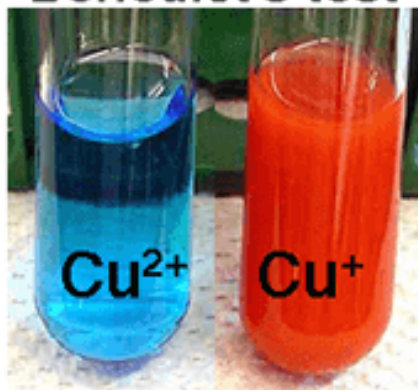
Aldehydin tunnistaminen

Pitoisuusmäärittäminen



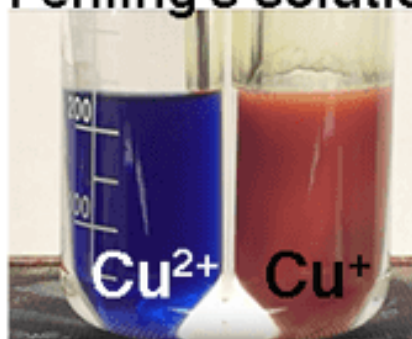
Three Common Tests for Aldehydes

Benedict's test



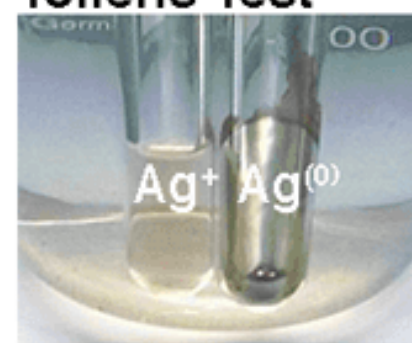
Control (blue) Positive test (red)

Fehling's solution



Control (blue) Positive test (red)

Tollens Test



Control (clear) Positive test (silver mirror)

In each case the aldehyde has been oxidized to a carboxylic acid and the metal salt (Cu^{2+} or Ag^+) has been reduced.

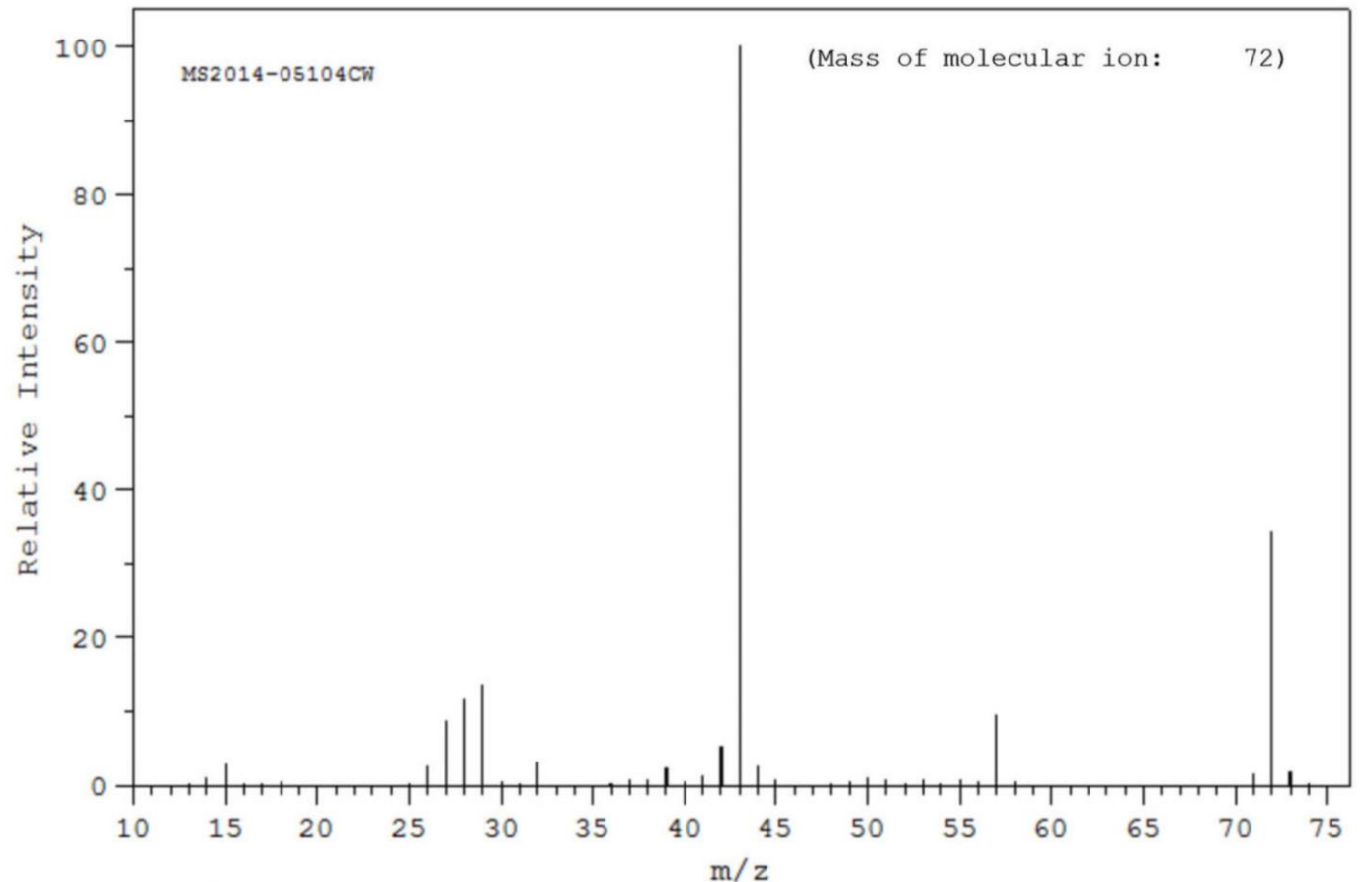
Tunnistustehtäviä

Määritä tuntematon yhdiste 1a



Alkuainekoostumus on : C (66.7%), H (11.1%), O (22.2%)

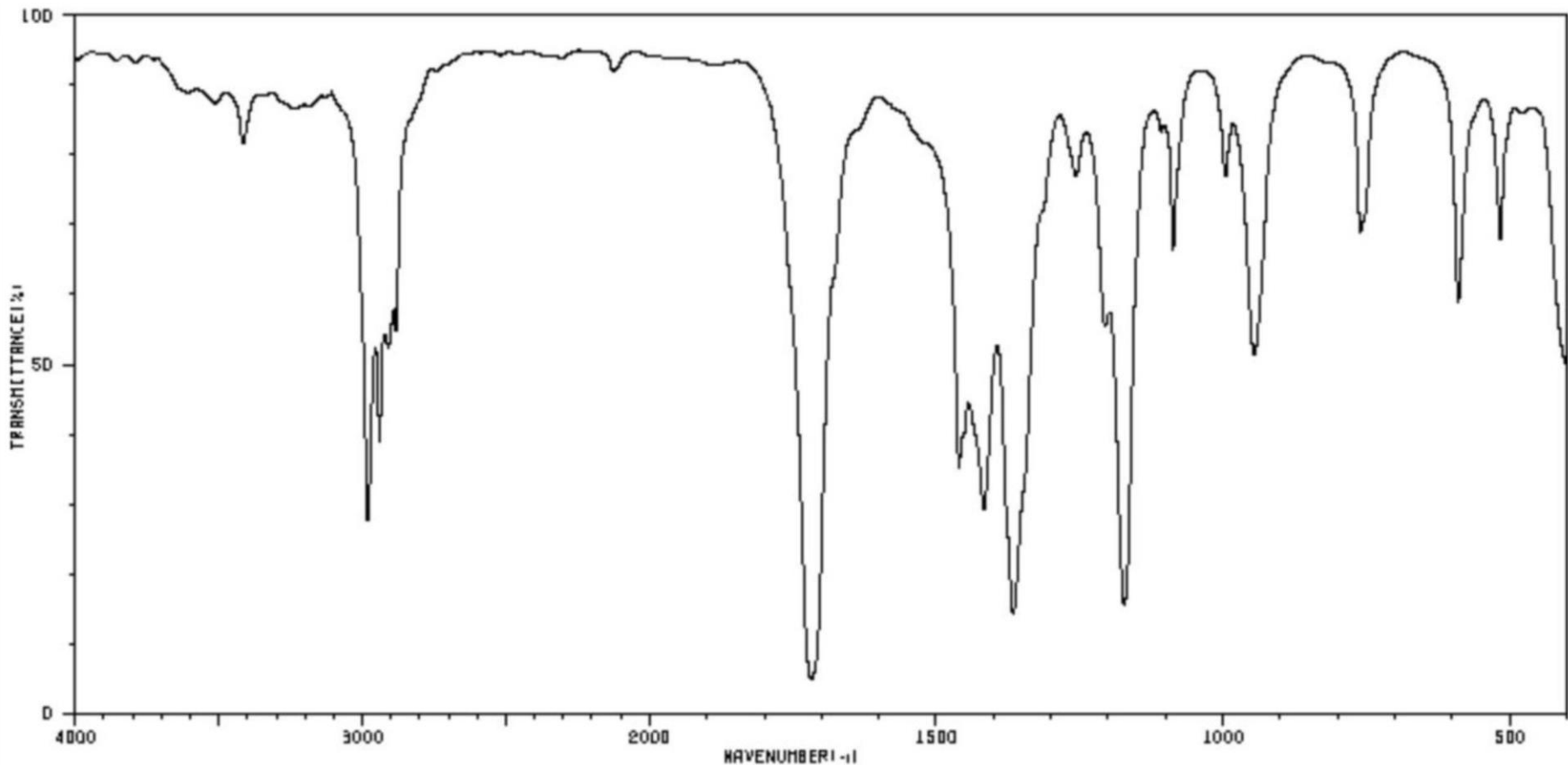
MS-spektri



Määritä tuntematon yhdiste 1b

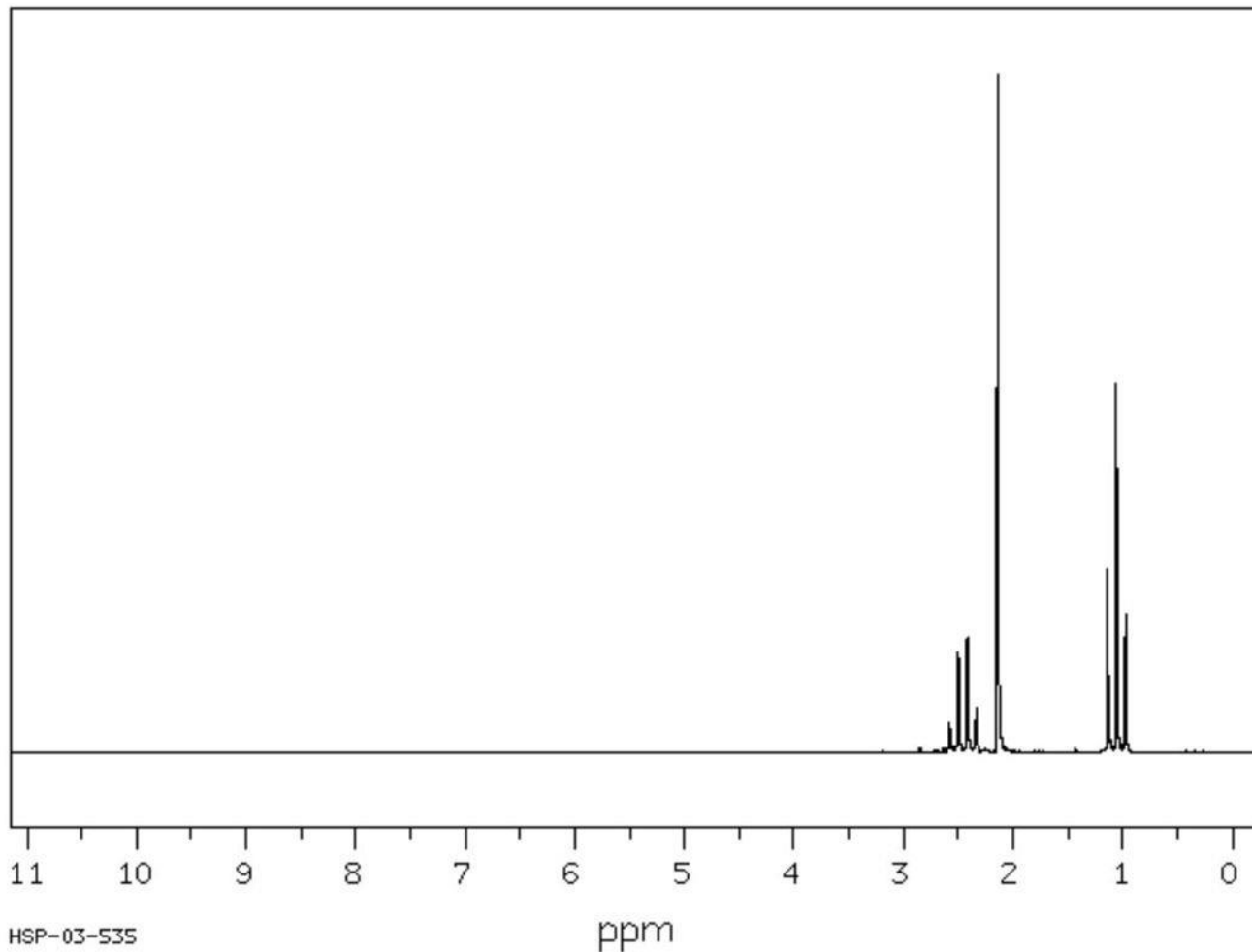


- Alkuaineekoostumus on : C (66.7%), H (11.1%), O (22.2%)
- IR-spektri



Määritä tuntematon yhdiste 1c

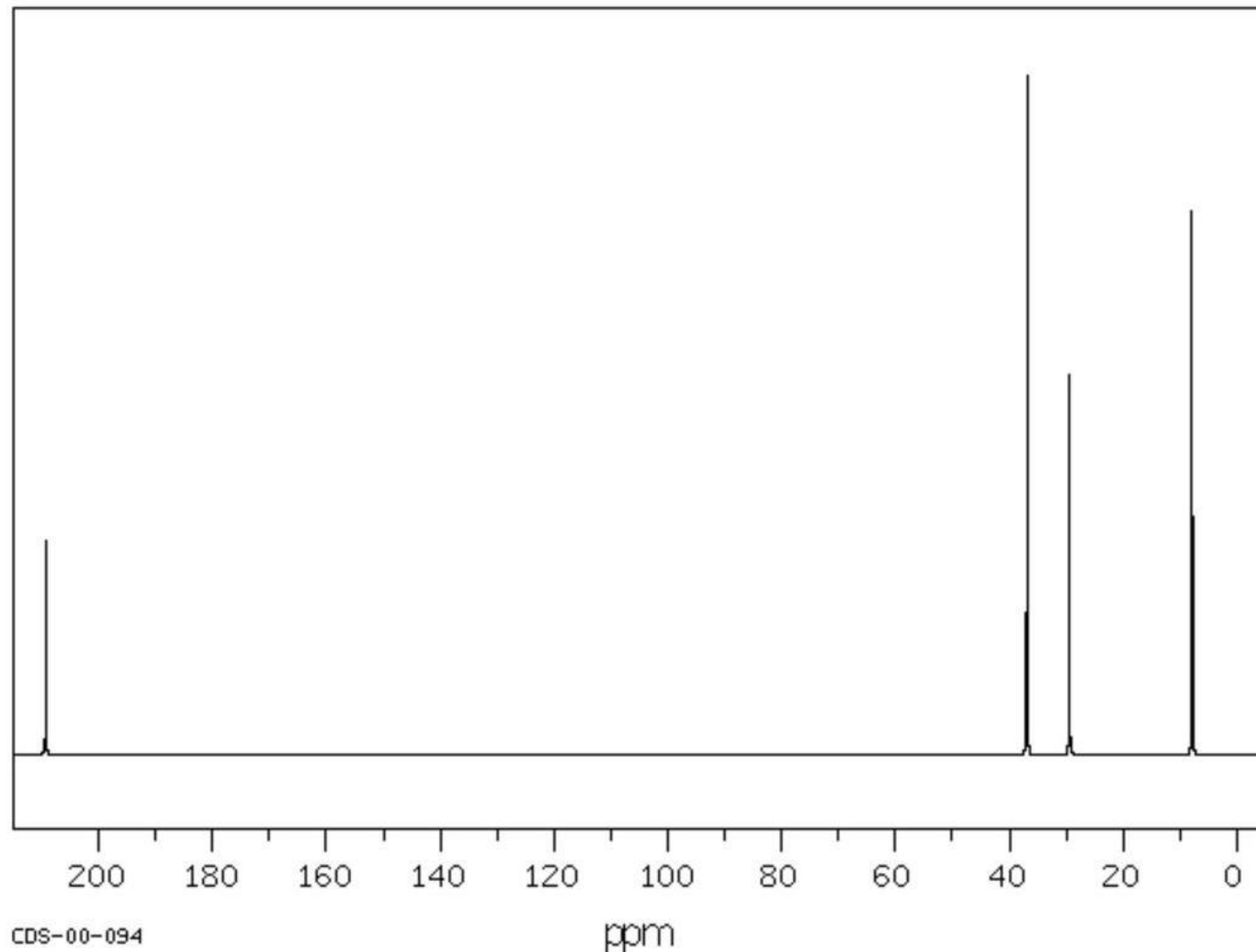
- Alkuainekoostumus on : C (66.7%), H (11.1%), O (22.2%)
- HNMR-spektri



Määritä tuntematon yhdiste 1d



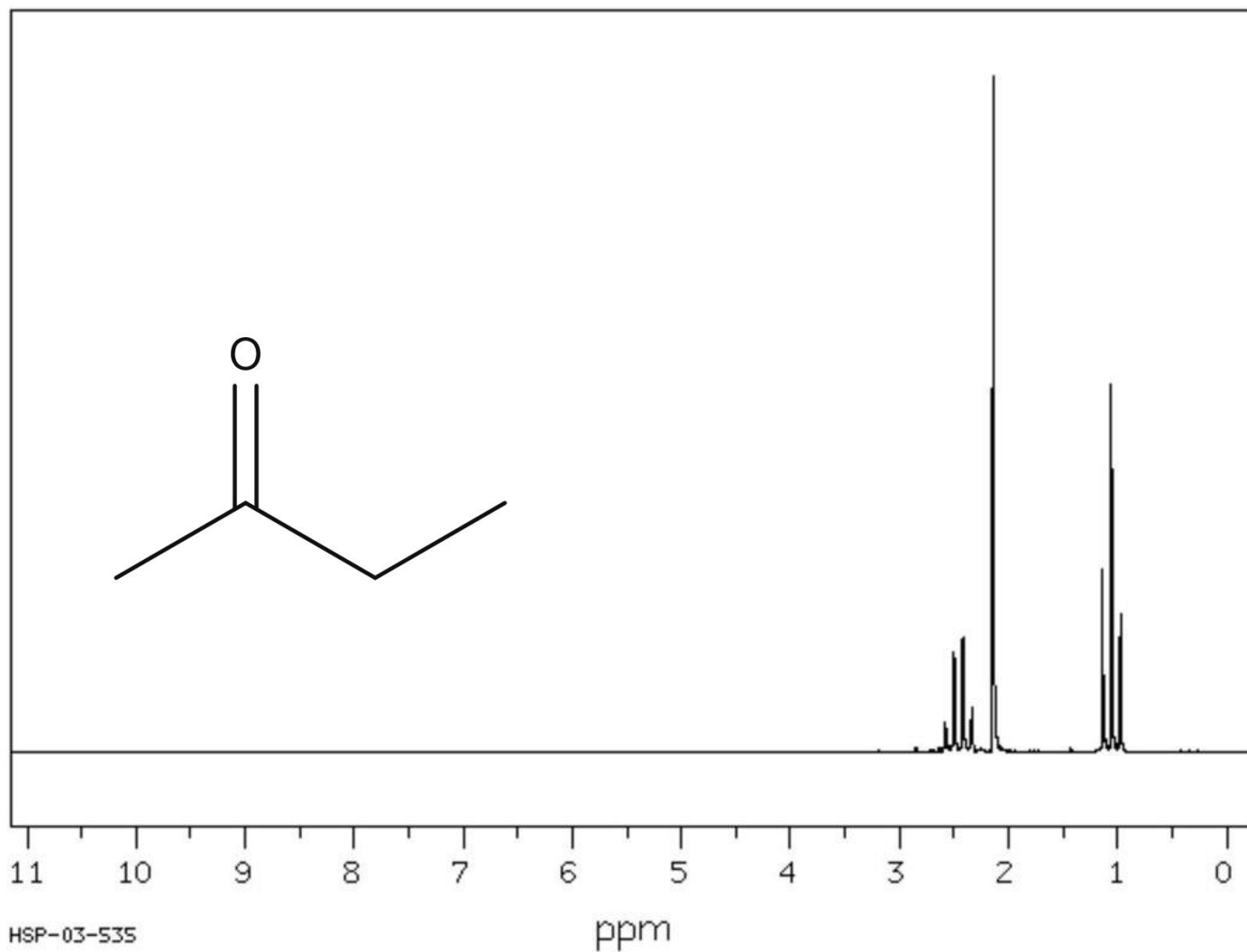
- Alkuainekoostumus on : C (66.7%), H (11.1%), O (22.2%)
- CNMR-spektri



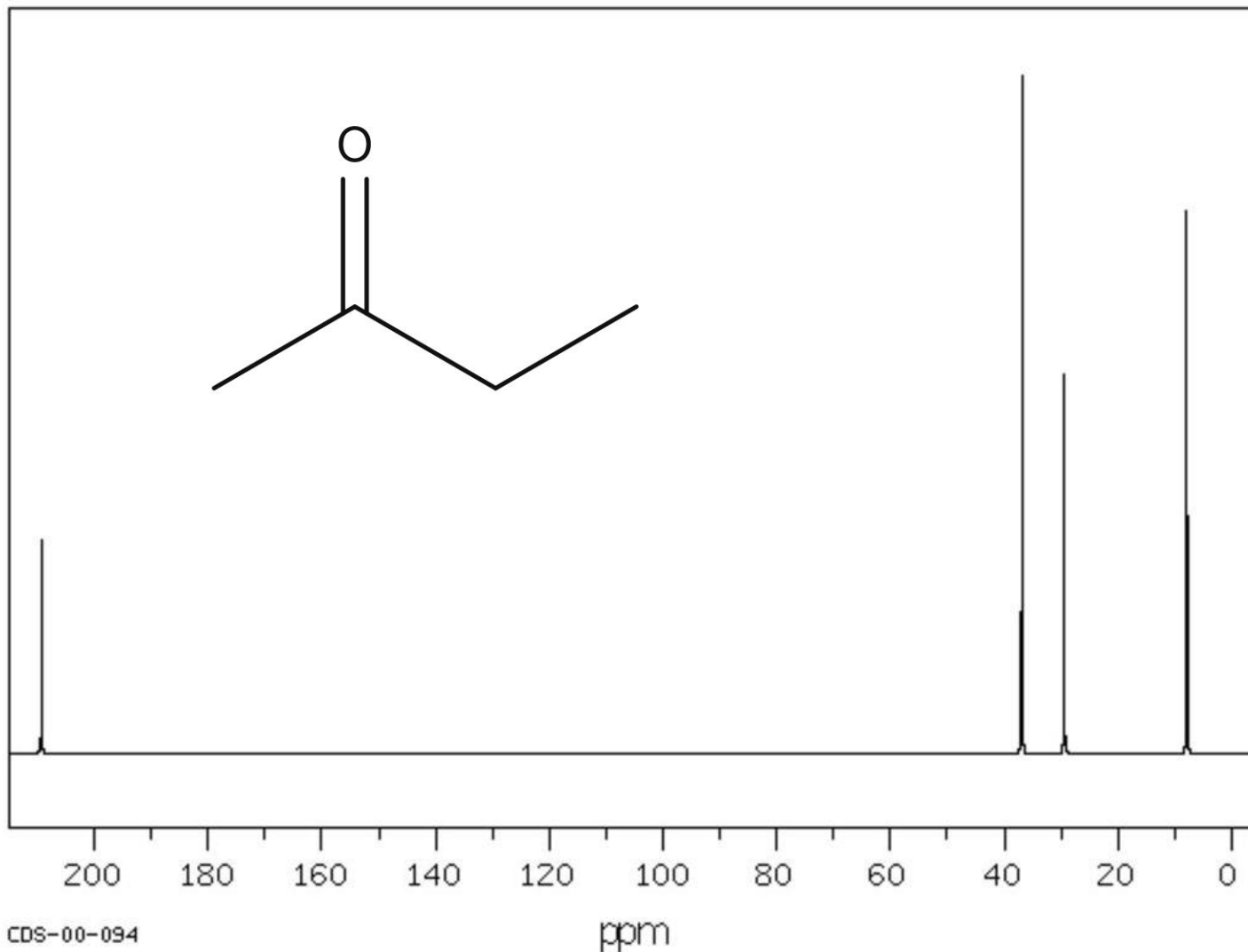
CDS-00-094

ppm

Määritä tuntematon yhdiste 1ratk



Määritä tuntematon yhdiste 1ratk

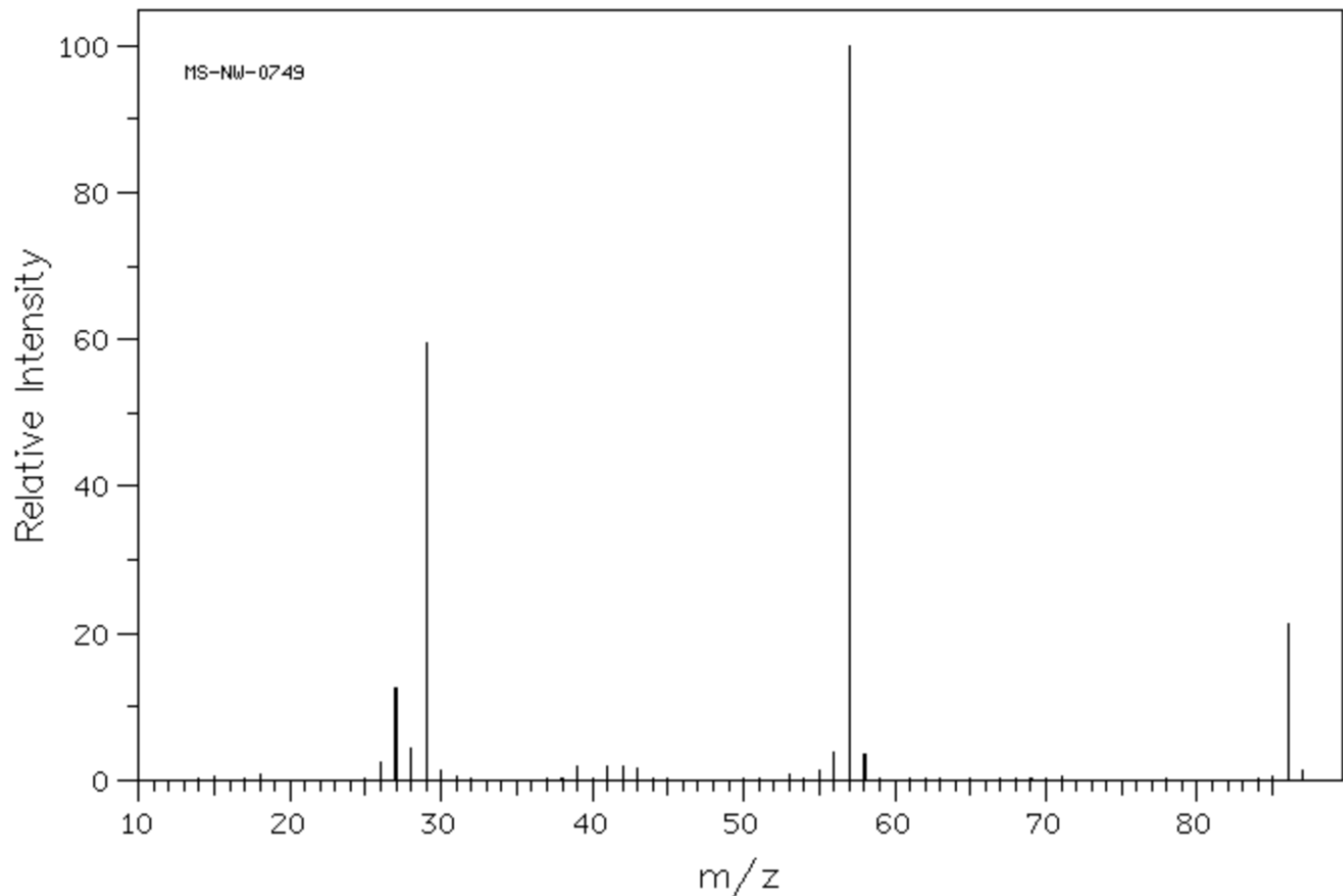


Määritä tuntematon yhdiste 2a



Alkuainekoostumus on : C (69.72%), H (11.70%), O (18.57%)

MS-spektri

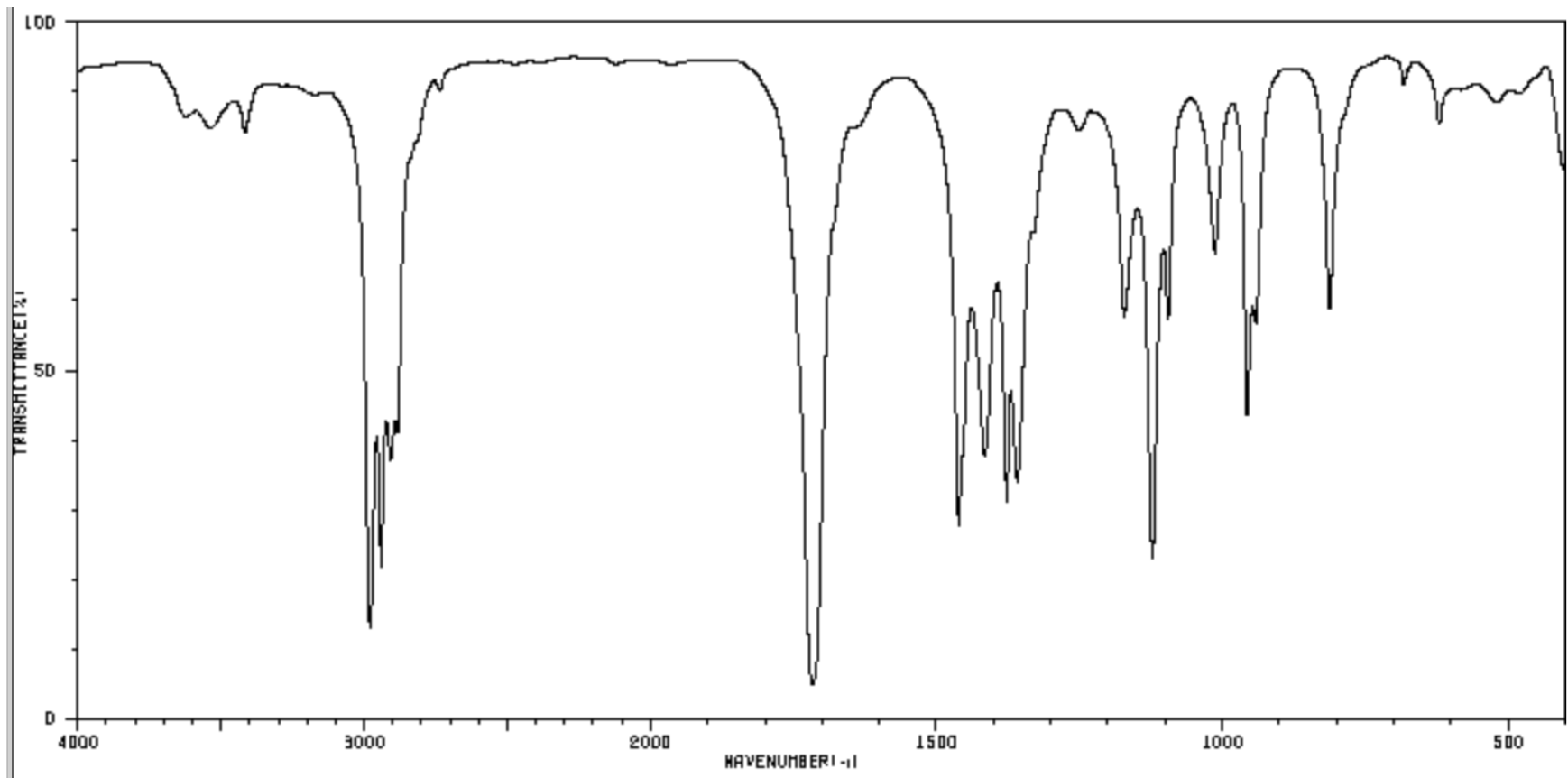


Määritä tuntematon yhdiste 2b

Alkuainekoostumus on : C (69.72%), H (11.70%), O (18.57%)



IR-spektri

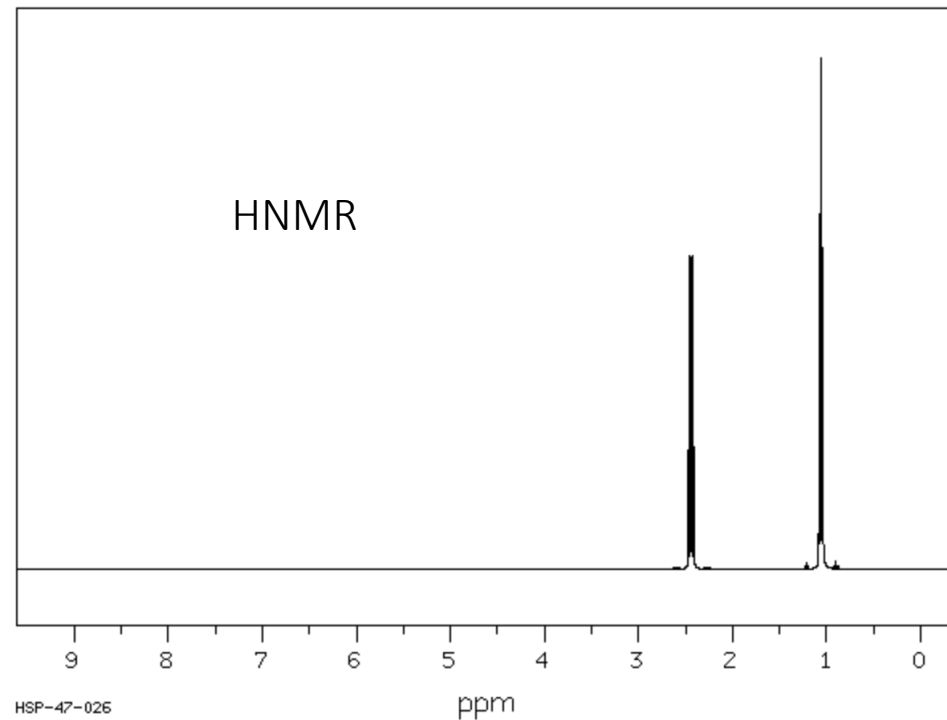
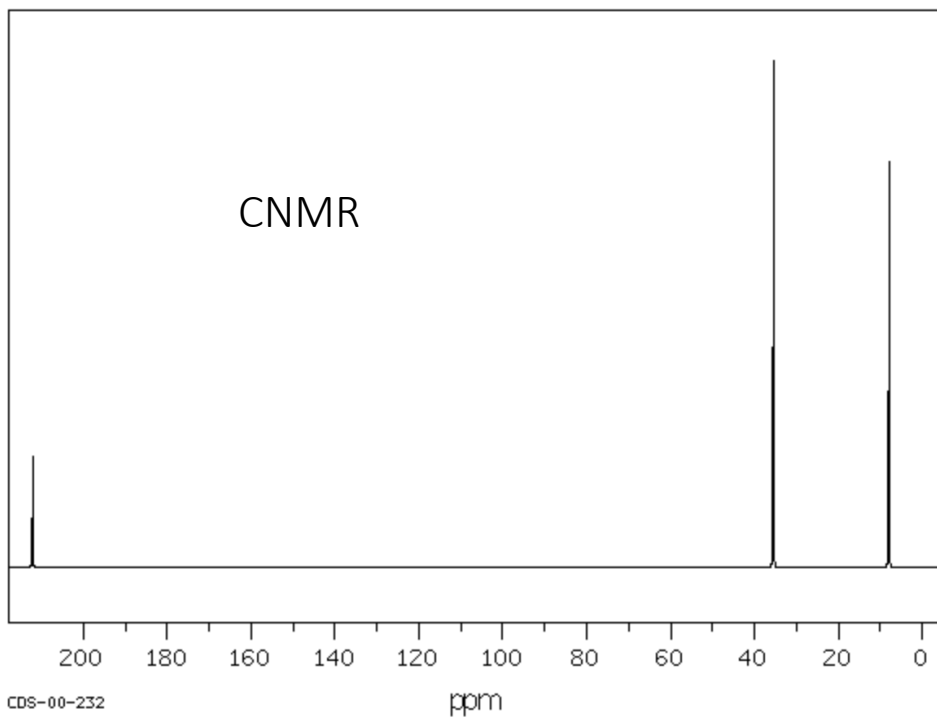


Määritä tuntematon yhdiste 2c

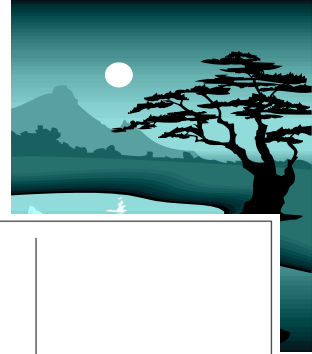


Alkuainekoostumus on : C (69.72%), H (11.70%), O (18.57%)

NMR-spektrit



Määritä tuntematon yhdiste 2ratk

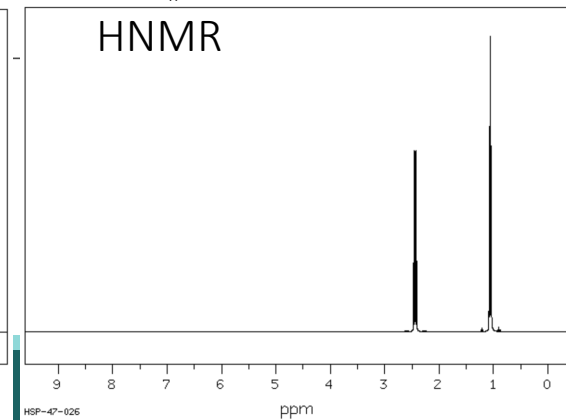
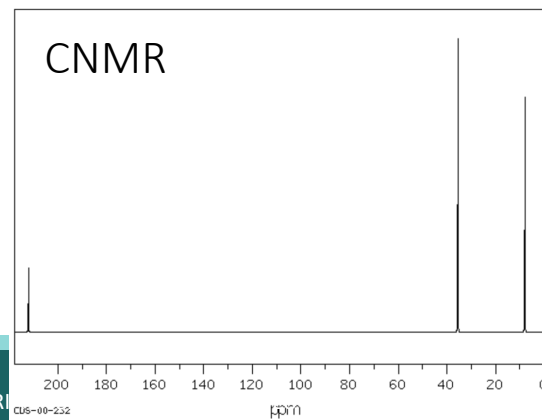
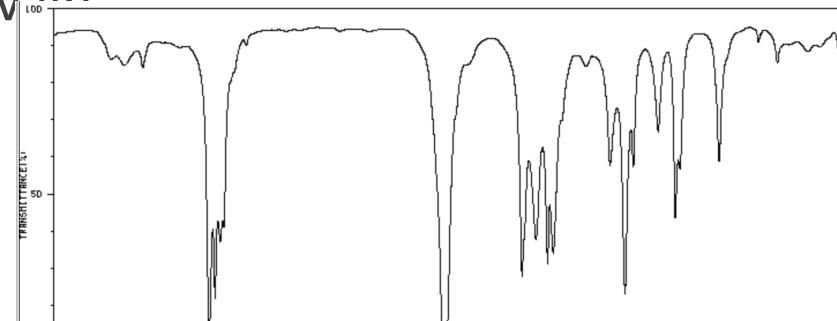
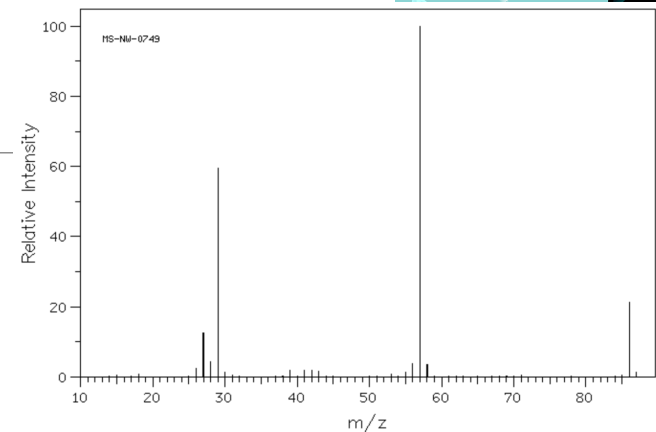


Alkuainekoostumus on : C (69.72%), H (11.70%), O (18.57%) → empiirinen kaava on $C_5H_{10}O$

MS-spektri → moolimassa on 86 (molekyyli-ionin piikki)
molekyylikaava on sama kuin empiirinen kaava

IR-spektri → karbonyyliryhmä (piikki n. 1720),
ei kaksoissidoksia, ei hydroksyyliiryhmää (vain
yksi happi-atomi → ketoni tai aldehydi

- NMR-spektrit:
 - CNMR vahvistaa sen, että molekyylissä on viisi hiiltä (yhden kemiallinen siirtymä suurehko, siinä on happi kiinni (eli karbonyyliryhmä), kaksi pitempää piikkiä (4 kpl C) viittaa siihen, että hiiliparien ympäristö samankaltainen
 - HNMR tukee taas edellistä, tässä kaksi "vetypiikistöä"; eli selkeä $-CH_2CH_3$ (tuplaten)



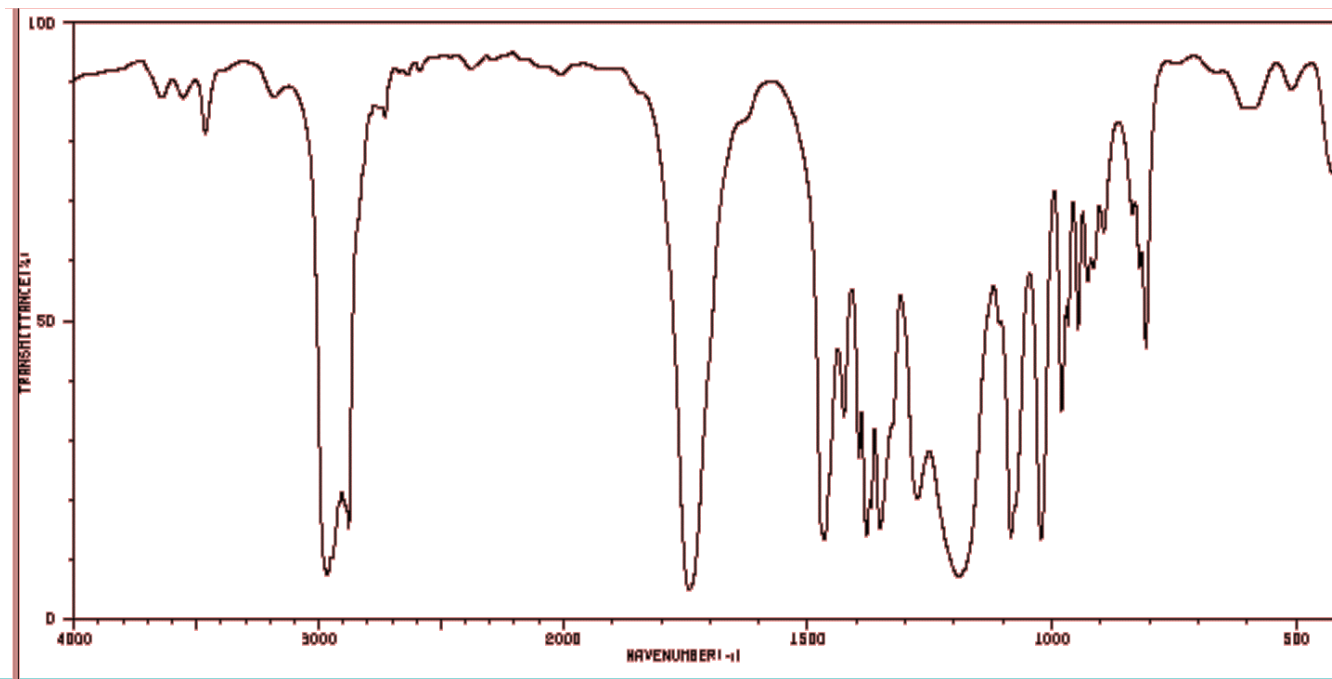
Määritä tuntematon yhdiste 3a



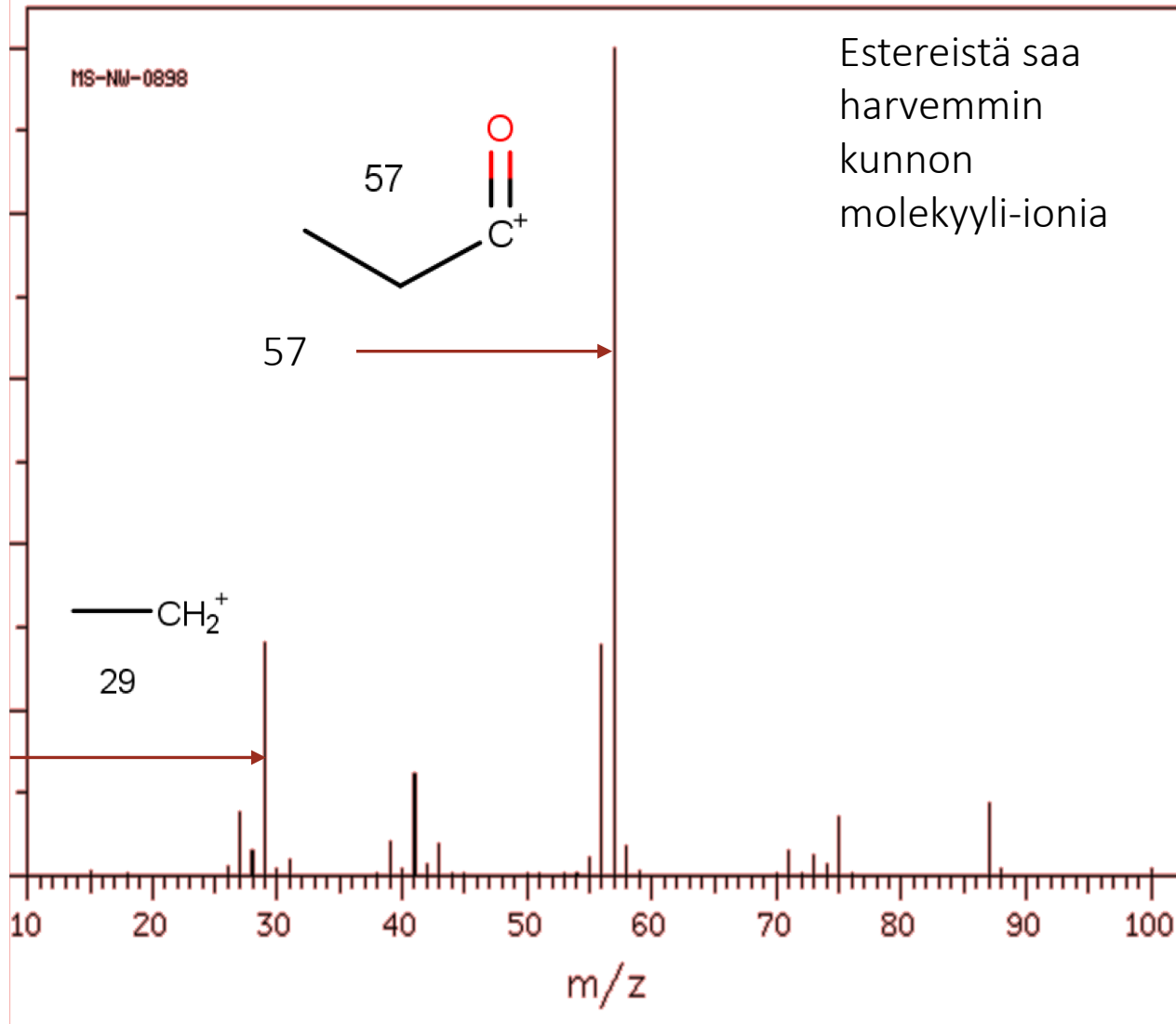
Alkuainekoostumus on : C (64.58%), H (10.84%), O (24.58%)

Nyt MS-spektri aiheuttaa ongelmia, eli molekyyleistä ei saa kunnolla massaspektriä – ainoastaan hajoamistuotteiden piikkejä (kts. seuraava dia)

IR-spektri (löytyykö tästä “selitys” em. asiaan?)



Massaspektrin hyödyntäminen?

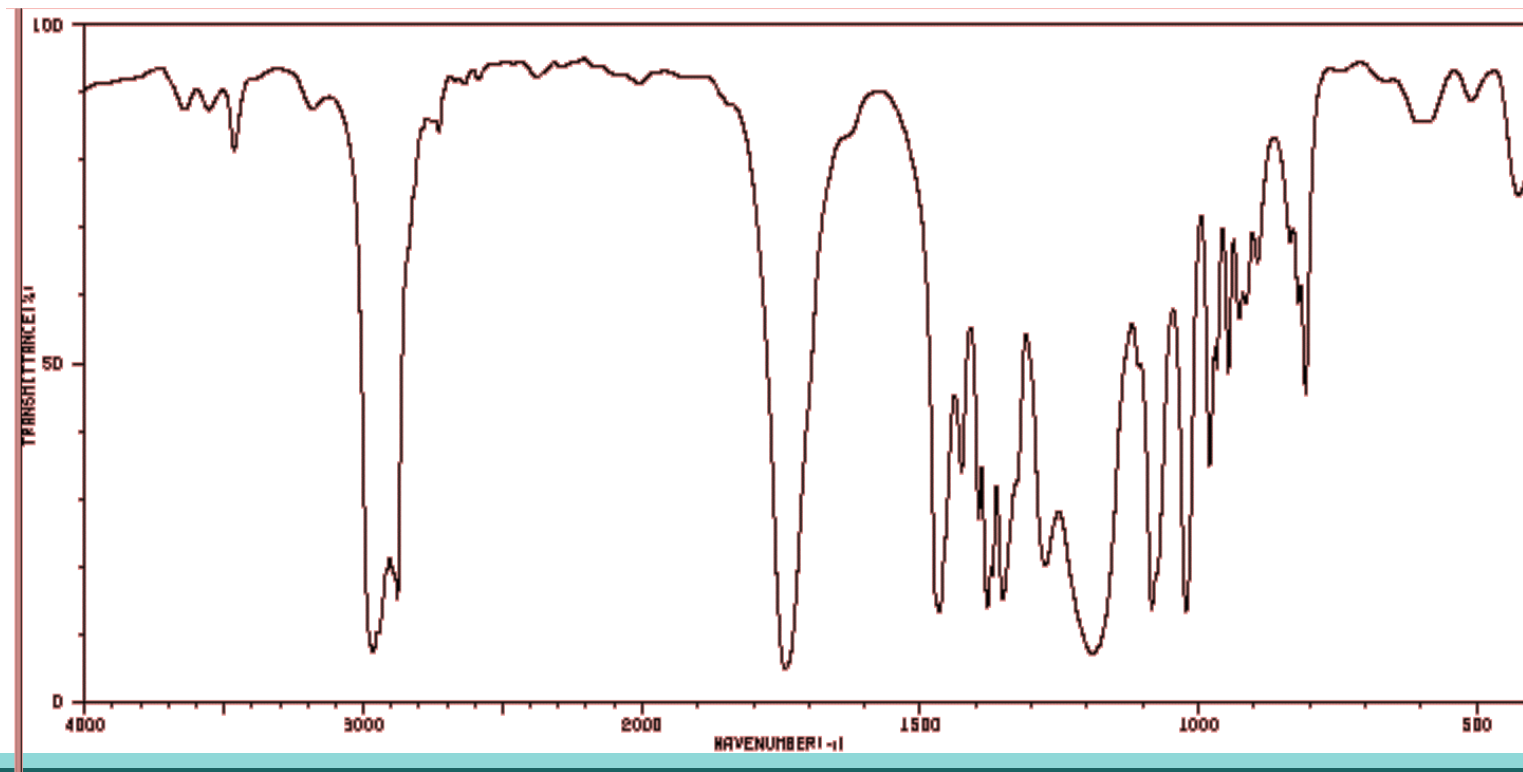


Määritä tuntematon yhdiste 3c

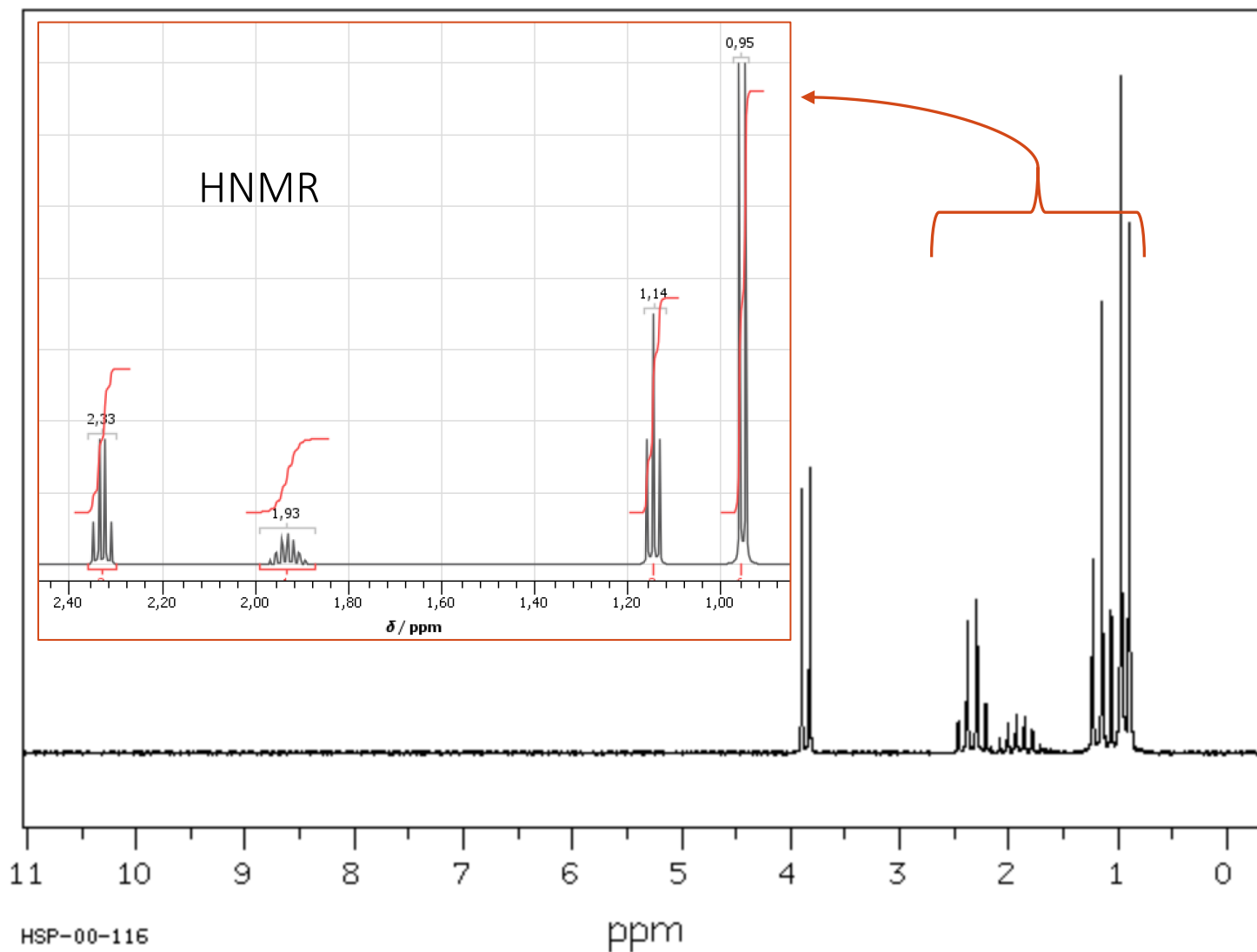
Alkuainekoostumus on : C (64.58%), H (10.84%), O (24.58%)



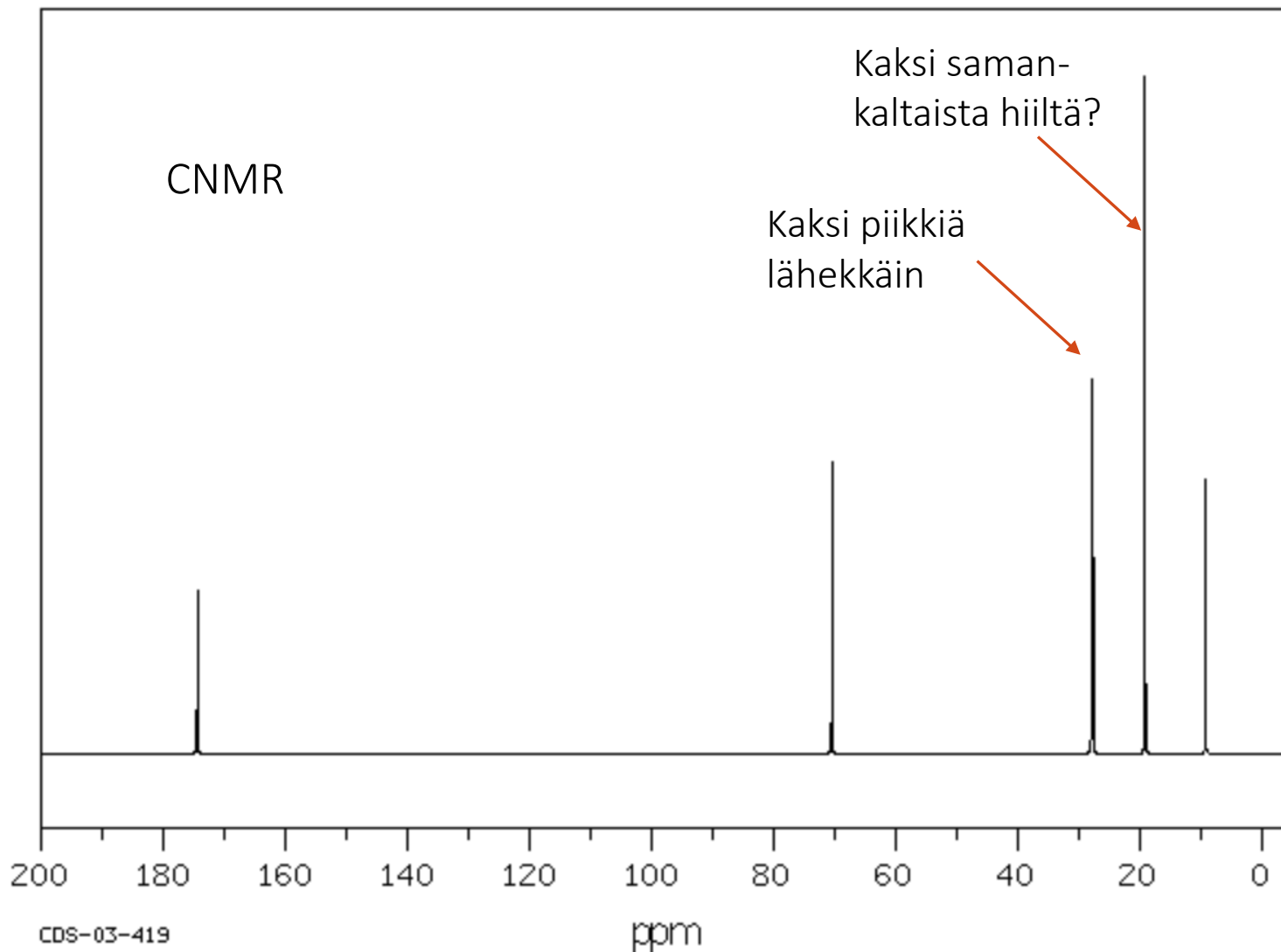
Lisäinformaationa voisi todeta (joku lienee selvä edellisen dian kommentista): kyseessä on reaktiotuote, joka syntyy karboksyylihapon ja alkoholin reaktiosta.

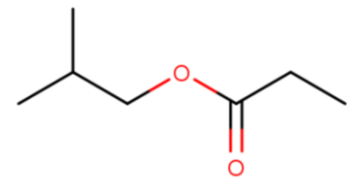
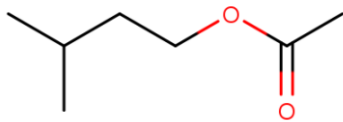


Määritä tuntematon yhdiste 3d



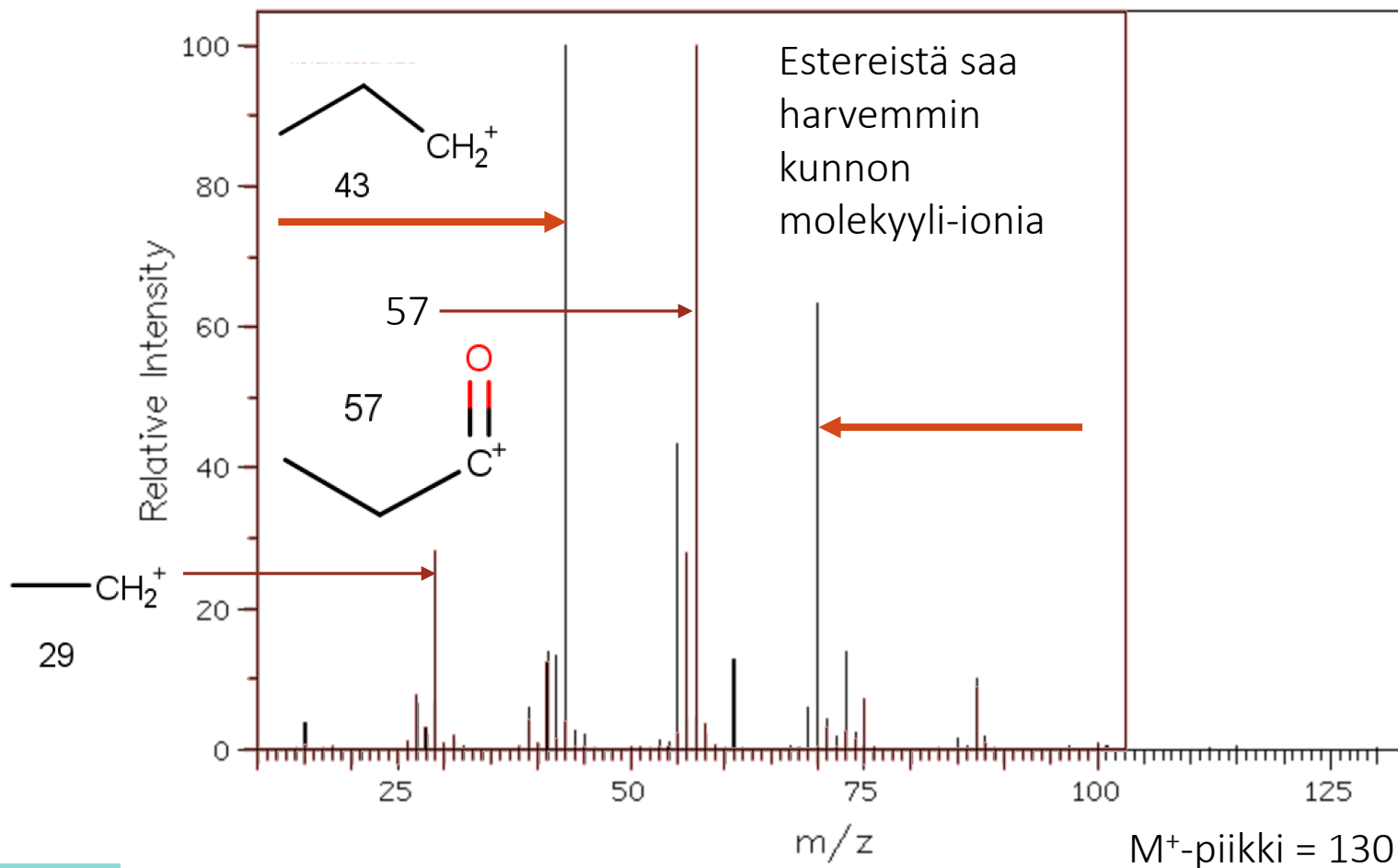
Määritä tuntematon yhdiste 3e





Kumpi on kumpi?

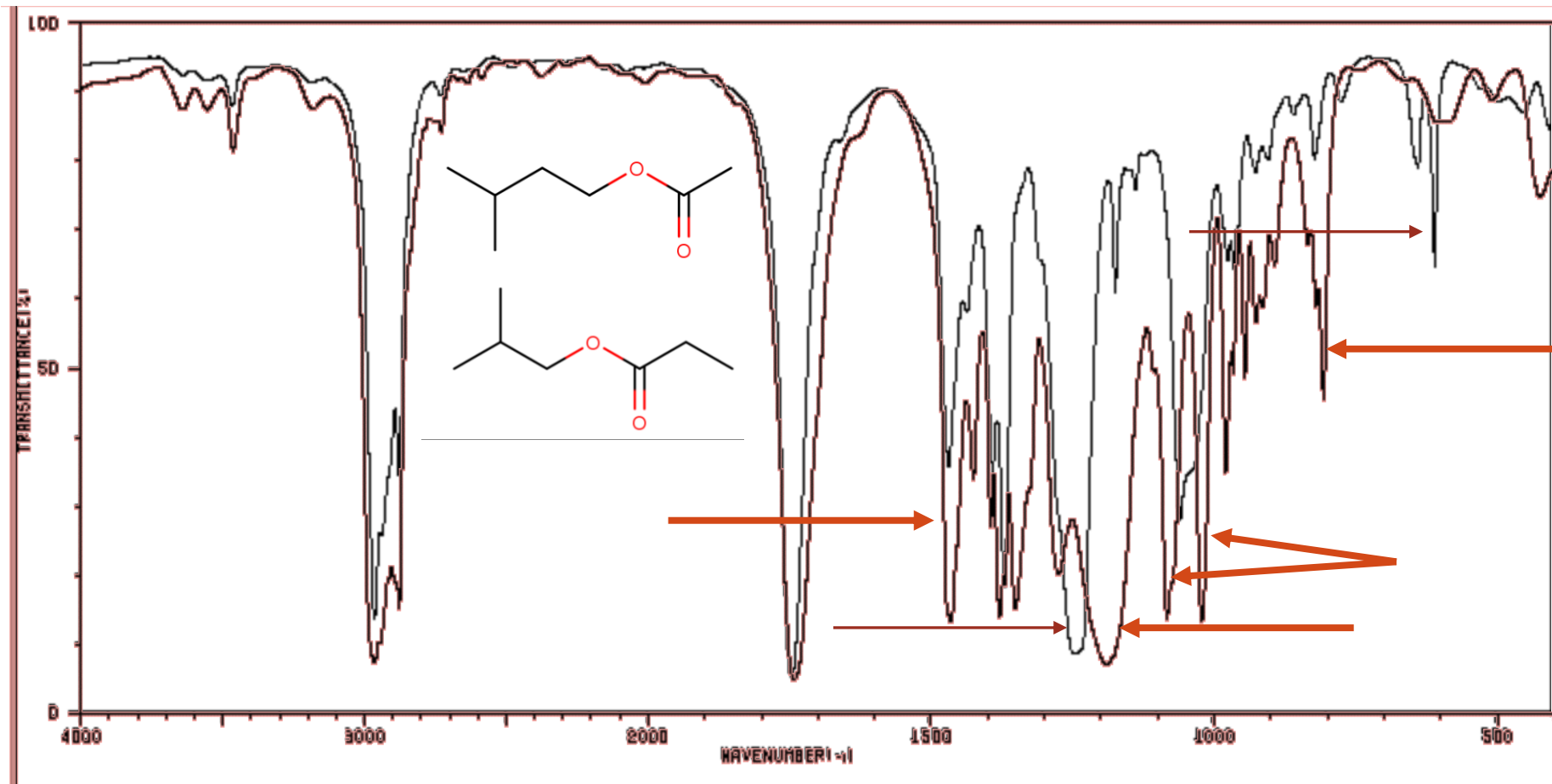
Isobutyryliprionaatti tai Isopentyyliasetaatti
 3-metyylibutyryliasietaatti tai 2-metyylipropyylipronaatti

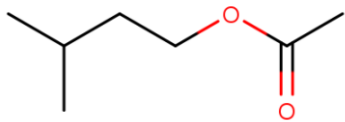


Kumpi on kumpi?

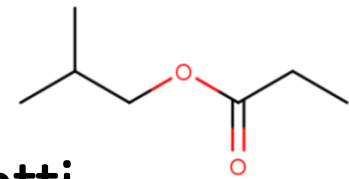
Isobutyyliprionaatti tai Isopentyyliasetaatti

3-metyylibutyyliasetaatti tai 2-metyylipropyylipronaatti

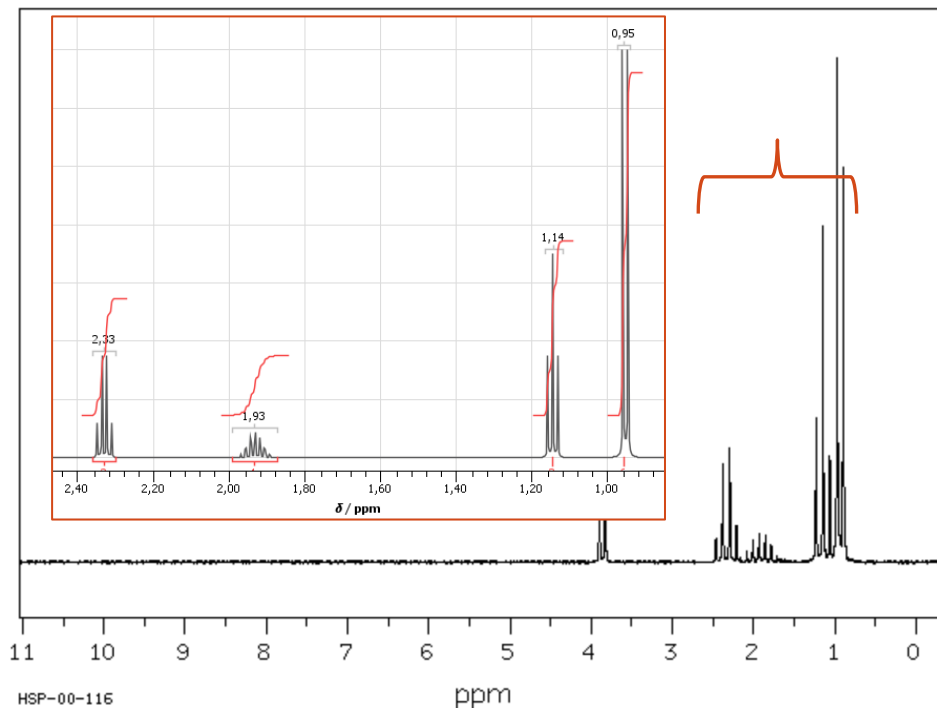
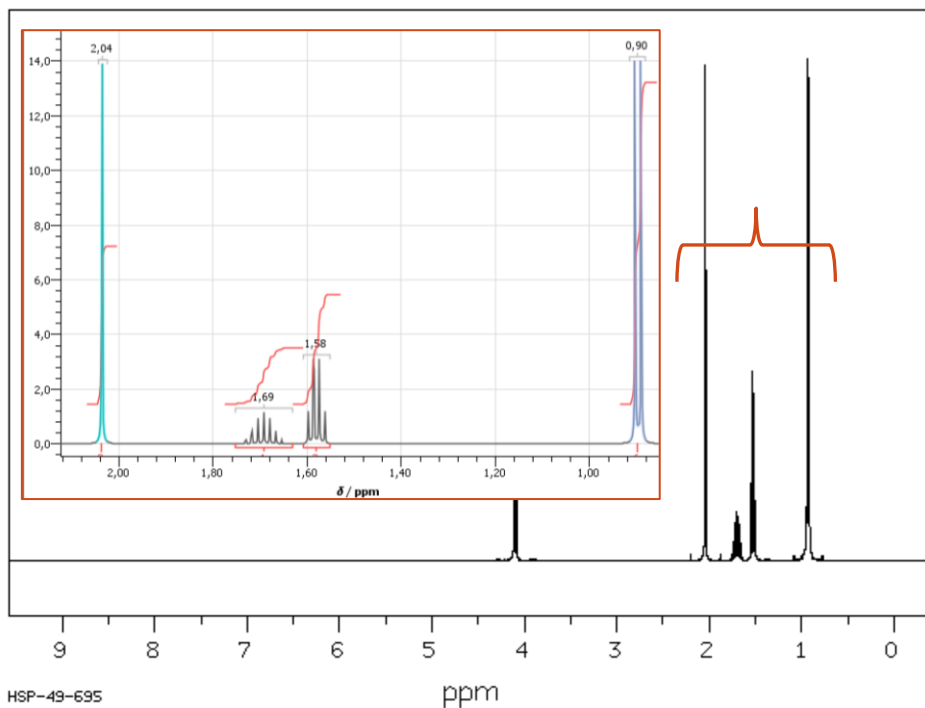




Kumpi on kumpi?

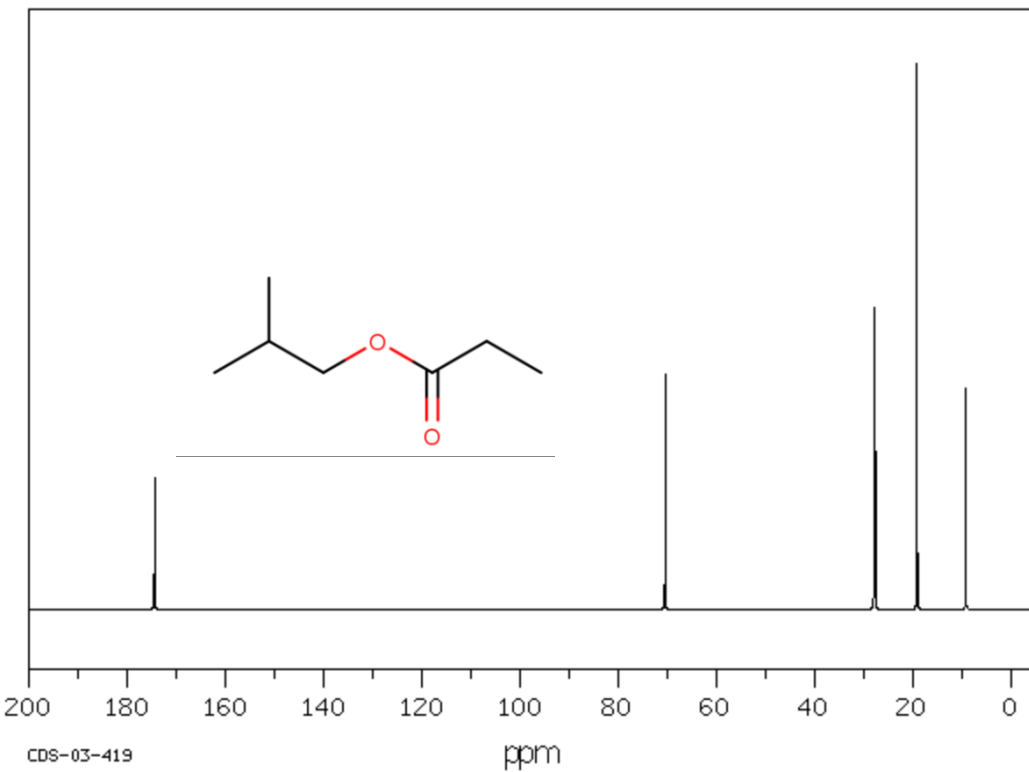


Isobutyryliprionaatti tai Isopentyliasettaatti
3-metyylibutyryliasettaatti tai 2-metyylipropylipropanaatti

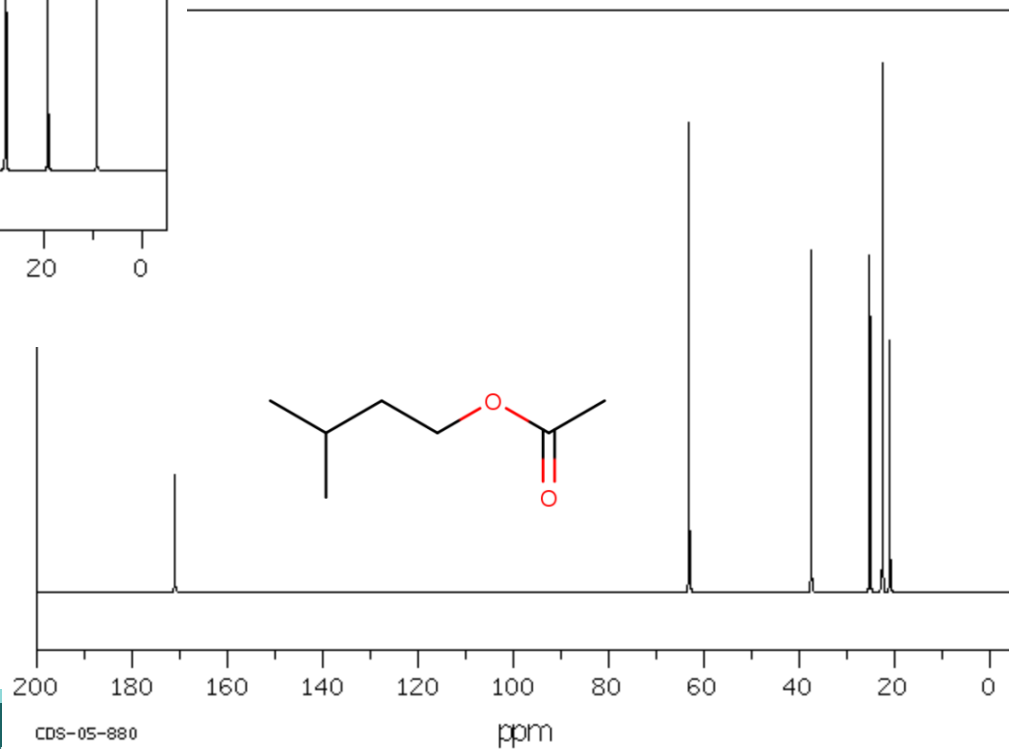


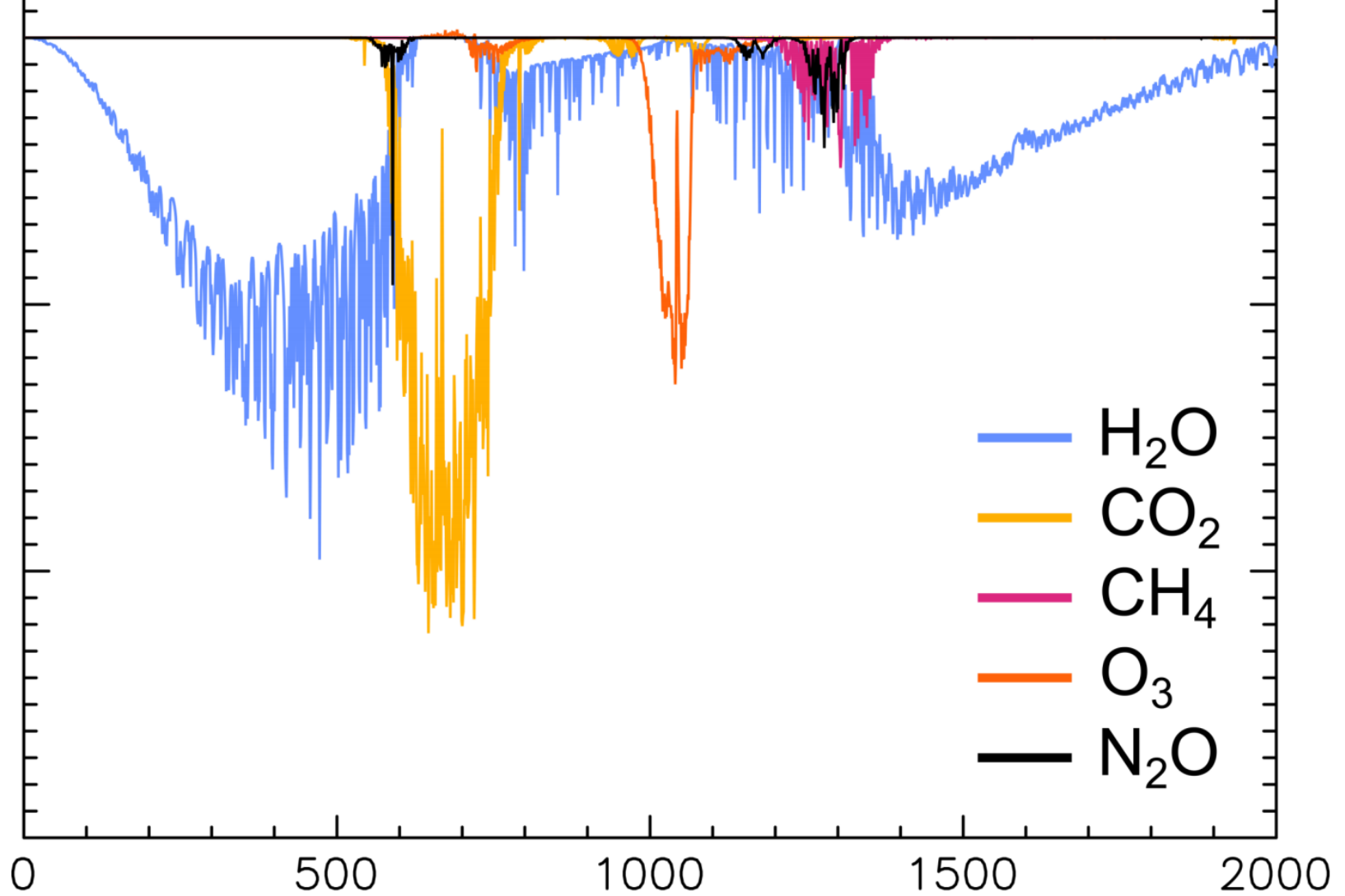
HNMR-spektri kertoo ”vetyjen ympäristöt”

Määritä tuntematon yhdiste



CNMR-spektrit





Kemian preli ja YO –tehtäviä 2019-2021

Spektritehtävä

Kemia preli syksy 19

10. (20 p) Vihreän nurmen tuoksu

10.1. Vastaleikattu nurmi tuoksu sille tunnusomaisella hajulla. Hajun saavat aikaan heksenaalin, heksenolin, heksanaalin ja heksanolin isomeerit (kuva vieressä), joita syntyy ja vapautuu ilmaan, kun leikkurin terä viiltää ruohojen lehdet poikki. Näillä yhdisteillä on todettu olevan antibioottisia ominaisuuksia, eli ne ehkäisevät bakteerien hyökkäyksiä. Japanilaiset tutkijat ovat todenneet, että niillä on stressiä lievittäviä vaikutuksia.

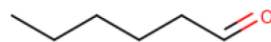
Aineet on saatu eristettyä, mutta analyysin aikana jäi merkitsemättä liuosten säilytysastiat. Yhdisteistä ajettiin IR-spektrit (kuva alla), päätele spektreistä, mikä astia sisältää mitakin yhdistettä. (8 p)

A-D-astiat?

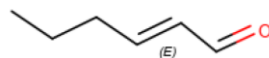
cis-3-heksen-1-oli
1-heksanoli
trans-2-heksenaali
heksanaali



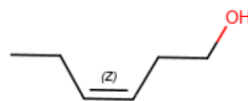
1-heksanoli



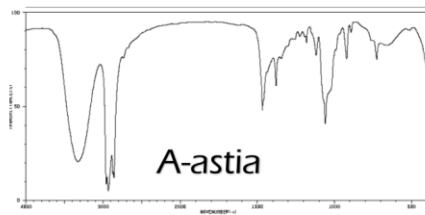
heksanaali



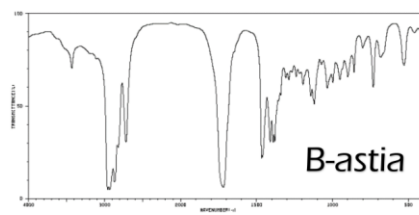
trans-2-heksenaali



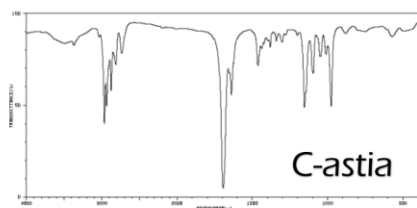
cis-3-heksen-1-oli



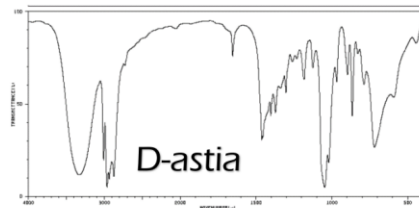
A-astia



B-astia



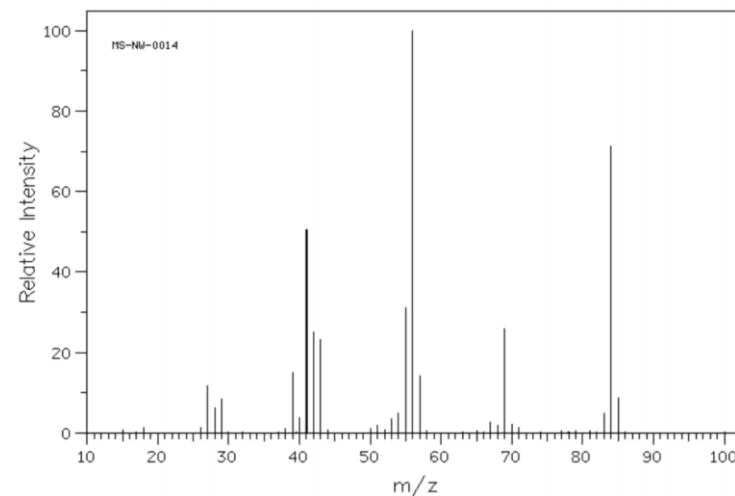
C-astia



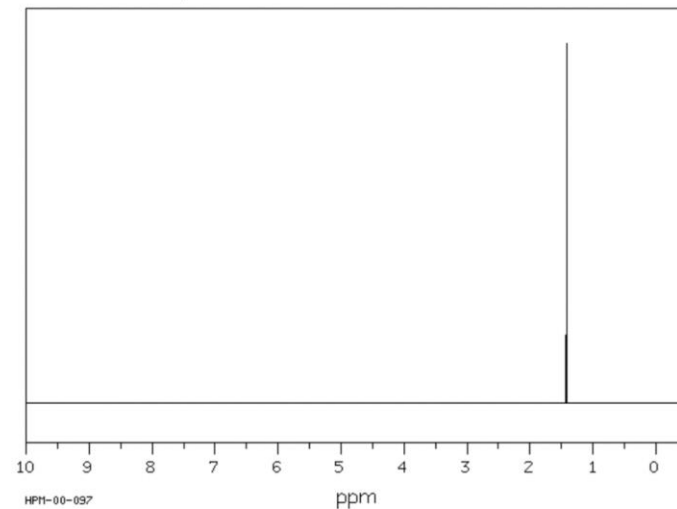
D-astia

10.2. Eräessä reaktiosarjassa saatiin yhtenä lopputuotteena yhdistettä, jossa todettiin polttoanalyysin jälkeen olevat 85,63% hiiltä ja 14,37% vetyä. Yhdisteestä otettiin massaspektri, mutta sen jälkeen ainetta riitti ainoastaan pieneen näytteeseen, mistä voitiin ajaa vielä HNMR-spektri. Selvitä näillä tiedoilla, mistä aineesta on kysymys.

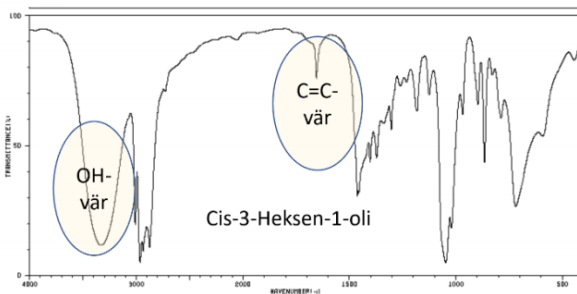
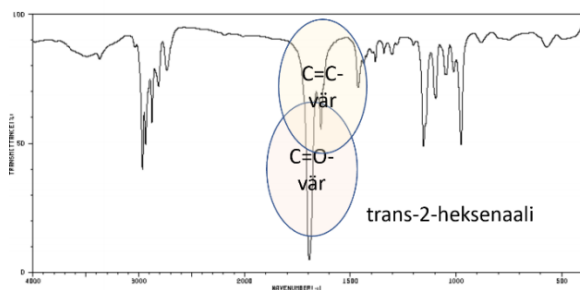
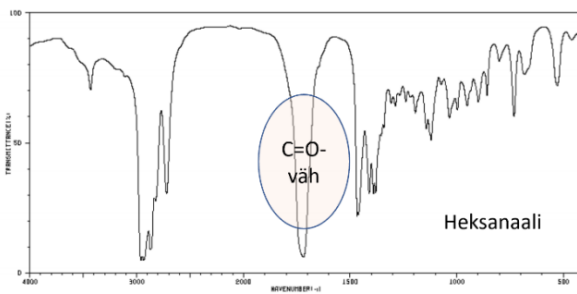
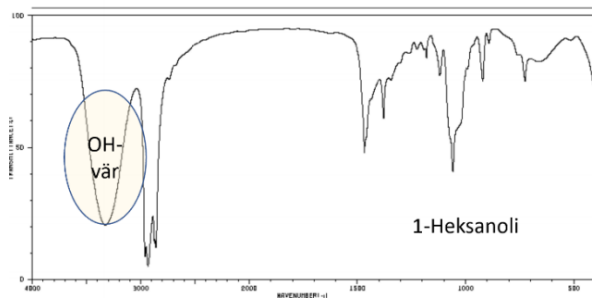
Yhdisteen massaspektri:



Yhdisteen HNMR-spektri:



Vastaus: 10.1 osio



10.2.osio

Empiirisen kaavan määrittäminen:

$$M(C)=16,00, M(H)=1,008$$

$$\text{suureet: } n = \frac{m}{M}, \text{ yksiköt: } \frac{g}{g/mol} = \text{mol}$$

$$\frac{85.63}{12} \rightarrow \text{Decimal} \cdot 7.13583$$

$$\frac{14.37}{1.008} \cdot 14.256$$

$$\frac{14.256}{7.13583} \cdot 1.99781$$

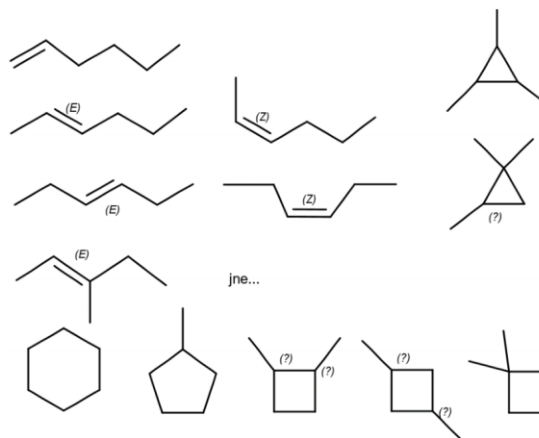
Eli yhtä C-atomia kohden on kaksi H-atomia.

(3 p)

Massaspektristä voi päätellä, että molekyylin moolimassa on 84. Kohdassa 85 on isotoppiipikki (hiili-13) eli se ei määrittele tässä tapauksessa moolimassaa. Näin ollen molekyyliässä on kuusi kpl hiiltä ($6 \times 12 = 72$) ja 2 x kuusi kpl vetyä ($12 \times 1 = 12$). Ja siten molekyylikaava on C_6H_{12} . (3 p)

Hiili- ja vetyatomien määrän keskinäinen suhde viittaa hiilivetyyn, jossa täytyy olla yksi kaksoissidos (alkeeni) tai rengasrakenne. Näitä eri isomeerejä em. molekyylikaavalla löytyy useita (viereinen kuva).

Mutta HNMR-spektristä pitää voida päätellä, että molekyyliässä on VAIN YHDEN (ja siis samanlaisen) ympäristön omaavia vetyjä. (6 p). Oikea vastaus on sykloheksaani.



Spektroskopiotehtävä

Kemia YO syksy 19, teht 11



11. Piperiinin eristys mustapippurista (20 p.)

Aineisto:

11.A Kuva: Piperiinin rakennekaava

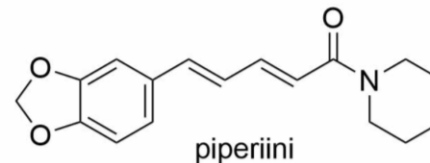
11.B Teksti: Piperiinin eristyksen työvaiheet

Yksi syy mustapippurin pistävään makuun on sen sisältämä piperiini. Aineistoissa 11.A ja 11.B esitetään piperiinin rakennekaava ja kuvataan, miten piperiini voidaan eristää mustapippurista. Hyödynnä aineistoja vastatessasi tehtäviin 11.1.–11.2.

11.1. Kuvaile työvaiheiden 1–3 (aineisto 11.B) menetelmiä lyhyesti ja selitä, mitä kussakin vaiheessa kemiallisesti tapahtuu. Perustele vastauksesi piperiinin ja eri vaiheissa hyödynnettävien aineiden ominaisuuksilla. (12 p.)

[Ohje kuvien ja kaavojen liittämiseen](#) ▾

11.2. Selitä, mitä vaiheessa 4 (aineisto 11.B) esitetyillä menetelmillä saadaan selville piperiinin puhtaudesta ja rakenteesta. (8 p.)



Lähde: YTL.

11.B Teksti: Piperiinin eristyksen työvaiheet

1. Mustapippurijauheen keittäminen liuottimessa

5,0 g jauhetta mustapippuria sekoitettiin dikloorimetaaniin, ja seosta keitettiin puolen tunnin ajan. Tämän jälkeen seos suodatettiin ja suodos otettiin talteen.

Taustatietoa:

Dikloorimetaani liukenee useimpiin orgaanisiin liuottimiin, kuten heksaaniin, alkoholeihin ja etyyliasetaattiin. Dikloorimetaanin liukoisuus veteen on 17,5 g/l ($t = 25\text{ °C}$).

2. Tislaus ja kiteytys

Suosod tislattiin. Tislauspullon jäi jäljelle ruskehtava öljymäinen jäännös. Lämpimään jäännökseen lisättiin 3 ml jääkylmää dietyylieetteriä. Tätä seosta jäähdytettiin jäähauteessa 10 minuuttia, jolloin saostui ruskeankeltaista kidemassaa. Kidemassa suodatettiin liuoksesta erilleen ja siirrettiin koeputkeen.

3. Puhdistus

Kidemassa liuotettiin kuumaan asetonin ja heksaanin muodostamaan liuokseen. Kun kirkasta kuumaa liuosta alettiin jäähdyttää, liuoksesta kiteytyi pitkiä keltaisia kiteitä. Kiteet suodatettiin, pestiin jääkylmällä dietyylieetterillä ja kuivattiin huoneilmassa.

4. Piperiinin puhtauden määrittäminen ja rakenteen varmistaminen

Tuote analysoitiin ohutkerroskromatografialla. Lisäksi siitä mitattiin IR- ja NMR- spektrit sekä sulamispiste.



Ohutkerroskromatografia (max 3 p.)

- Kromatografian **yleisperiaate** kuvattu: liikkuva/nestefaasi/liuotin + kiinteä/
liikkumaton faasi/päällystetty levy/adsorbentti. Molemmat faasit vaaditaan. (1 p.)
Eri aineet tarttuvat eri voimakkuuksilla levyn pintaan/kiinteään faasiin (1 p.)
ja nousevat eri korkeudelle / liikkuvat eri nopeuksilla / tuottavat eri kohtiin täplät
(pisteet, jäljen) (1 p.)
liuotinrintaman/(liikkuvan) liuottimen ajamana. (Voi selittää myös R_f -arvon
avulla.) (1 p.)
Eroavuus selittyy aineiden erilaisilla poolisuudella/vetytositoutuvilla
(funktionaalisilla) ryhmillä (1 p.)
Täplät/aineet **havaitaan** paljaalla silmällä/UV-valolla/värjäyksellä (1 p.)

- Puhtaus: jos erottuu useita täpliä, näyte ei ole puhdasta. (1 p.)
Piperiini voidaan tunnistaa (kromatogrammista) joko tunnetun R_f -arvon tai
vertailunäytteen avulla (toinen riittää). (1 p.)

- Voidaan analysoida pieniä näytemääriä (0 p.)
Voidaan erottaa/tunnistaa hyvinkin samantapaisia aineita (0 p.)
Seoksen osat voidaan erotella toisistaan (0 p.)
Aineet eroavat toisistaan massan/koon perusteella. (0 p.)

IR (max 3 p.)

- IR-spektroskopia perustuu molekyylin **sidosten/osien** värähdyksiin/venytyksiin, (1 p.)
esimerkiksi C=C, C-C, C-H, C=O, C-O, C-N-sidokset. (1 p.)
Aaltoluvut/spektrin asteikko selitetty (1 p.)

- Spektristä voidaan tunnistaa funktionaalisia ryhmiä, (1 p.)
esimerkiksi amidiryhmä, eetteriryhmä, alkenyilyryhmä (hyväksytään myös
esimerkkeinä vastaavat yhdisteluokat) (1 p.)
Näytteen IR-spektriä verrataan puhtaan piperiinin/kirjallisuuden spektriin. (1 p.)
Epäpuhtaudet näkyvät ylimääräisinä piikkeinä (ei vaadita vertaamista). (1 p.)

NMR (max 3 p.)

- NMR perustuu **atomiytimien** vuorovaikutukseen **radioaaltojen** kanssa (1 p.)
voimakkaassa **magneettikentässä/magneetissa**. (1 p.)
Esimerkiksi ^1H tai ^{13}C -ytimet (yläindeksiä ei vaadita) (1 p.)
Spektristä nähdään/voidaan määrittää H-atomien/C-atomien (suhteellinen)
lukumäärä (1 p.)
ja se, millaisessa ympäristössä/millainen kemiallinen siirtymä näillä on
(voi olla myös esimerkinä). (1 p.)
Näytteen NMR-spektriä verrataan puhtaan piperiinin/kirjallisuuden spektriin. (1 p.)
Epäpuhtaudet näkyvät ylimääräisinä piikkeinä. (1 p.)
Epäpuhtauksien määrä voidaan määrittää spektristä. (1 p.)

NMR-spektristä tunnistetaan funktionaaliset ryhmät. (0 p.)

*NMR- ja IR-spektrometria selitetty ansiokkaasti, mutta NMR- ja IR-termit väärinpäin:
NMR max 2 p. IR max 2 p.*

Spektroskopiätehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9



9. Kasvihuonekaasut ja IR-spektroskopia 20 p.

Aineisto

- 9. A Kuva: Kaasuseoksen IR-spektri
- 9. B Teksti: IR-spektroskopia
- 9. C Kuvat: Ilmakehän kaasujen IR-spektrejä
- 9. D Teksti: Kasvihuoneilmiö
- 9. E Kuva ja teksti: Kasvihuonekaasujen tunnistus
- 9. F Kuva ja teksti: Marsin kaasukehän koostumus

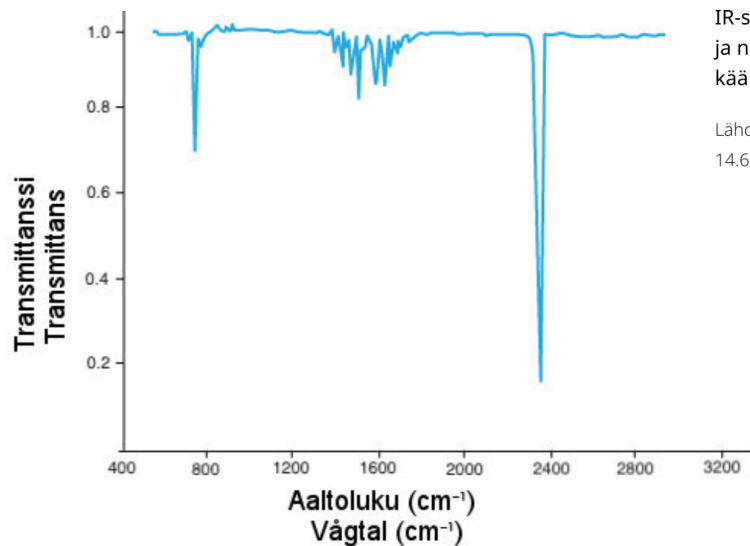
- 9.1. Joidenkin kasvihuonekaasujen pitoisuus on noussut ihmisten toiminnan vaikutuksesta, mikä on voimistanut kasvihuoneilmiötä. Anna kaksi esimerkkiä kasvihuonekaasuista, joiden pitoisuus Maan ilmakehässä on lisääntynyt ihmisen toiminnan vuoksi. Mistä nämä kaasut ovat peräisin, ja miten ne ovat päätyneet ilmakehään? **6 p.**
- 9.2. Aineistossa 9. A on kaasuseoksen IR-spektri. Päätele aineistojen 9. B ja 9. C avulla, mitä kahta kaasua seoksessa on. Perustele vastauksesi. **5 p.**
- 9.3. Tutustu aineistoihin 9. D ja 9. E. Mitkä ovat aineiston 9. E kuvaajien mukaan kolme voimakkaimmin Maan kasvihuoneilmiöön vaikuttavaa kaasua? Perustele vastauksesi. **6 p.**
- 9.4. Aineisto 9. F on Mars Global Surveyor -luotaimen mittauksiin perustuva kuvaaja, joka kuvaa Marsin avaruuteen luovuttamaa säteilyä. Päätele aineistojen 9. C ja 9. E avulla, mistä Marsin kaasukehä pääasiassa koostuu. Perustele vastauksesi. **3 p.**

Spektroskopiätehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9 aineisto



9. A Kuva: Kaasuseoksen IR-spektri



Lähde: CHROMacademy, <https://www.chromacademy.com/lms/sco534/01-infrared-spectral-quality.html>. Viitattu: 14.6.2019. Muokkaus: YTL.

9. B Teksti: IR-spektroskopia

Infrapunaspektroskopiaa (IR-spektroskopia) käytetään esimerkiksi molekyyliyhdisteiden rakenteen tutkimukseen. Menetelmä perustuu siihen, että yhdisteiden erilaiset sidokset absorboivat infrapunasäteilyä niille ominaisilla aallonpituuksilla. Absorptio johtuu pääasiassa tutkittavan yhdisteen molekyyliessä olevien kovalenttisten sidosten vastaanottamasta säteilyenergiasta, joka saa ne värähtelemään.

Kullakin yhdisteellä on sille ominainen infrapunaspektri, jota voidaan hyödyntää yhdisteen tunnistamisessa. Ilmakehän jalokaasua argonia ja pääkaasuja eli kaksiatomisia typpi- ja happimolekyyliä ei havaita IR-spektrissä. Sen sijaan kaasumolekyylit, jotka sisältävät useita alkuaineita tai enemmän kuin kaksi atomia, voidaan yleensä tunnistaa IR-spektrin avulla.

IR-spektrin y-akselin suureena oleva **transmittanssi** eli läpäisyosuus on tutkittavan näytteen lävitse kulkeneen säteilyn ja näytteeseen tulleen säteilyn voimakkuuksien suhde. **Aaltolukuyksikkö (cm^{-1})** on säteilyn aallonpituuden käänteisluku.

Lähde: Opetushallitus, http://www03.edu.fi/oppimateriaalit/laboratorio/analyysimenetelmat_5-4_infrapunaspektrometria.html. Viitattu: 14.6.2019. Muokkaus: YTL.

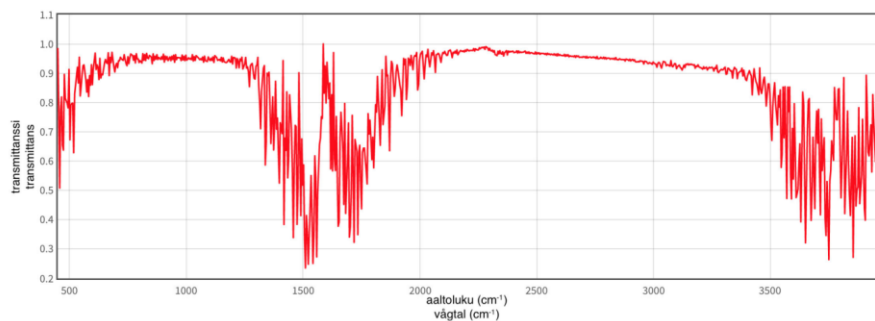
Spektroskopiätehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9 aineisto

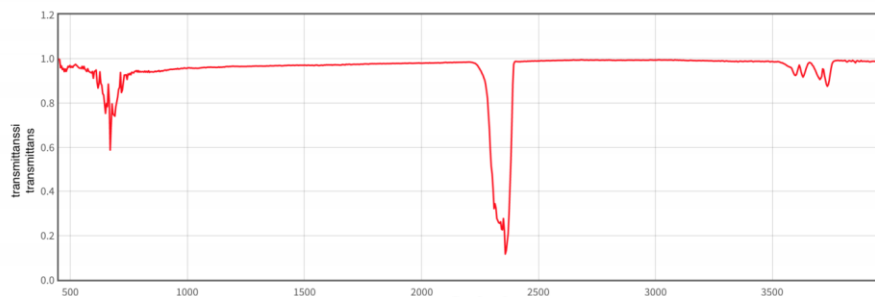


9. C Kuvat: Ilmakehän kaasujen IR-spektrejä

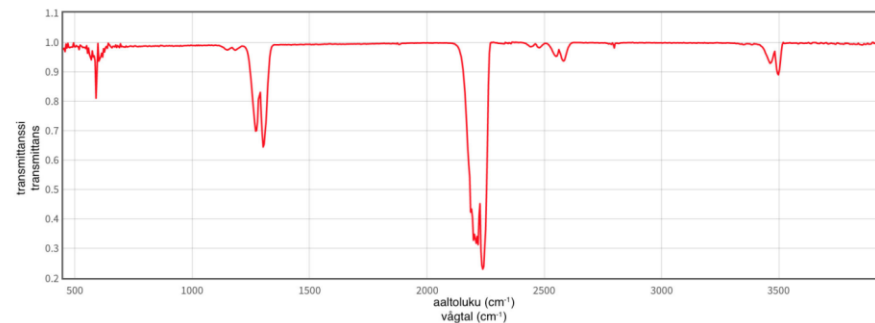
Vesi



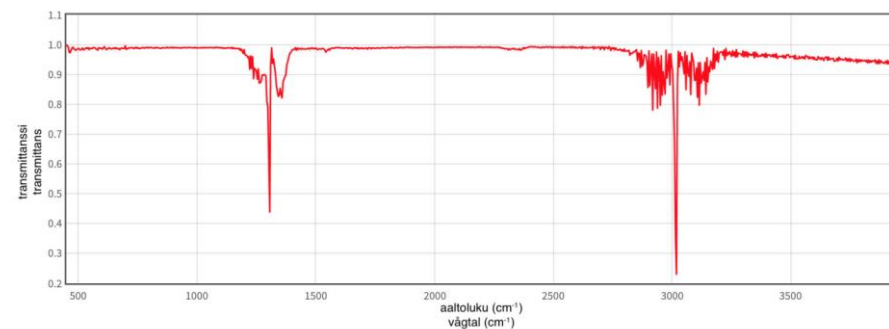
Hilidioksidi



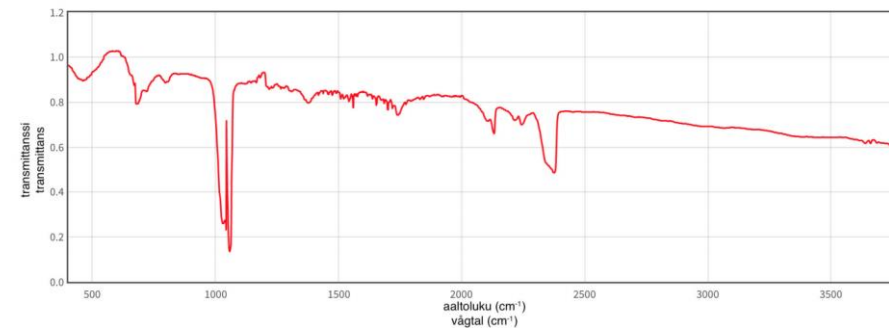
Dityppioksidi



Metaani

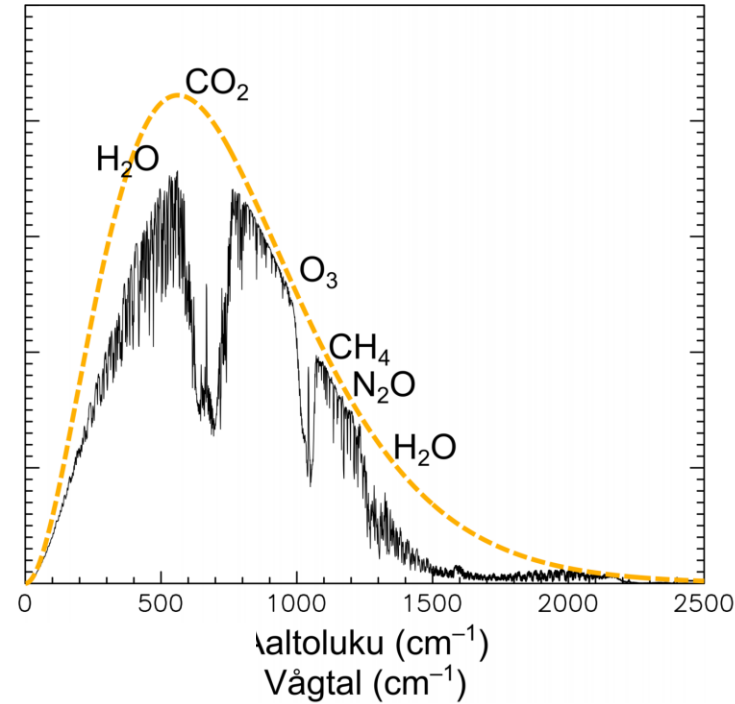


Otsoni



Kuvassa I on esitetty Maan avaruuteen luovuttama energia kullakin IR-säteilyn aaltoluuvulla. Keltainen katkoviiva on ideaalispektri ja kuvaa tilannetta, jossa Maalla ei olisi ilmakehää. Musta yhtenäinen viiva kuvaa tilannetta, jossa kasvihuonekaasut absorboivat Maan pinnan lähettämää säteilyä.

Kuva I.



Spektroskopiotehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9 aineisto

9. D Teksti: Kasvihuoneilmiö

Maahan tulevan ja siitä lähtevän säteilyn energian välillä vallitsee tasapaino. Osa Maahan tulevasta Auringon säteilystä heijastuu suoraan pilvistä, ilmakehästä sekä pääosin veden peittämästä Maan pinnasta takaisin avaruuteen. Kuitenkin noin puolet maahan tulevasta Auringon säteilyn energiasta absorboituu Maan pintaan ja noin viidennes pilviin ja ilmakehään.

Auringon säteilyn lämmittämä Maan pinta ja ilmakehä säteilevät avaruuteen puolestaan pääasiassa infrapunasäteilyä. Ilmakehän kasvihuonekaasut kuitenkin absorboivat huomattavan osan Maan pinnan säteilystä ja luovuttavat osan siitä takaisin ilmakehän alempiin kerroksiin sekä Maan pinnalle. Tämä lämmittää ilmakehän alimpia osia ja Maan pintaa. Ilmiötä kutsutaan kasvihuoneilmiöksi.

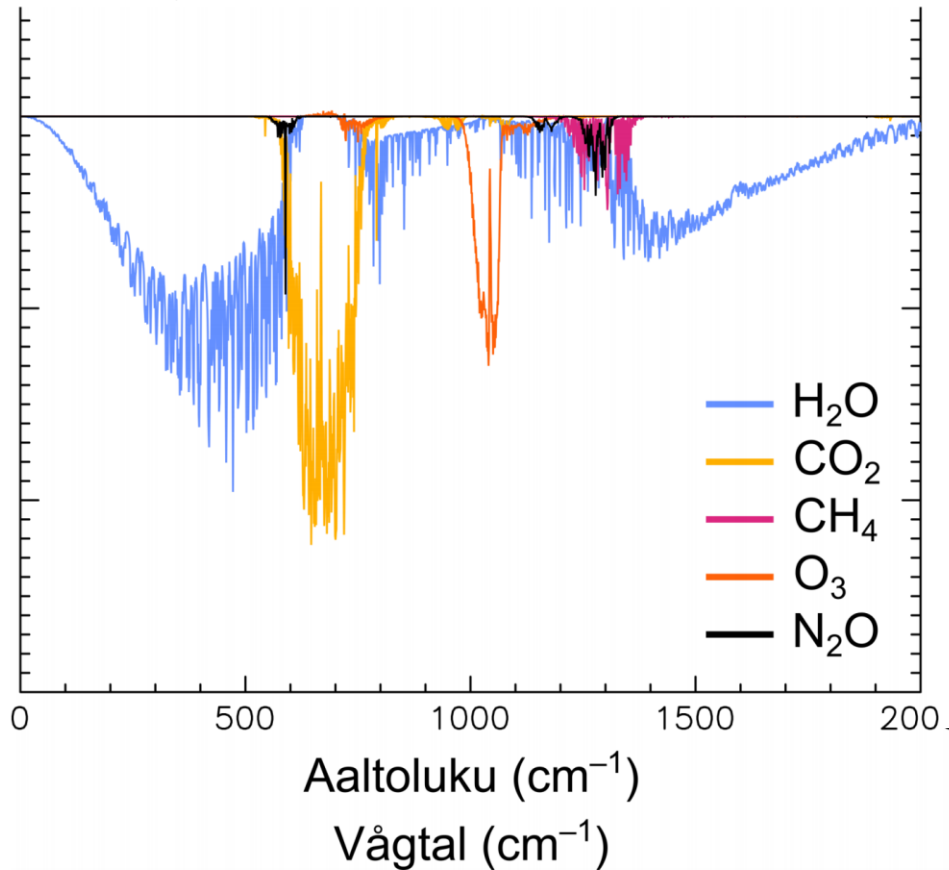
Maan ja muiden kaasukehällisten planeettojen avaruuteen säteilemän infrapunasäteilyn spektristä voidaan tunnistaa kaasukehän infrapunasäteilyä absorboivat kasvihuonekaasut. Kasvihuonekaasujen vaikutusta mallinnettaessa verrataan planeetan pinnalta ja kaasukehästä avaruuteen lähtevän säteilyn spektriä teoreettiseen ideaalispektriin. Ideaalispektri kuvaa tilannetta, jossa kaasukehää ei ole ja jossa auringon lämmittämä pinta säteilisi infrapunasäteilyn suoraan avaruuteen.

Spektroskopiätehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9 aineisto



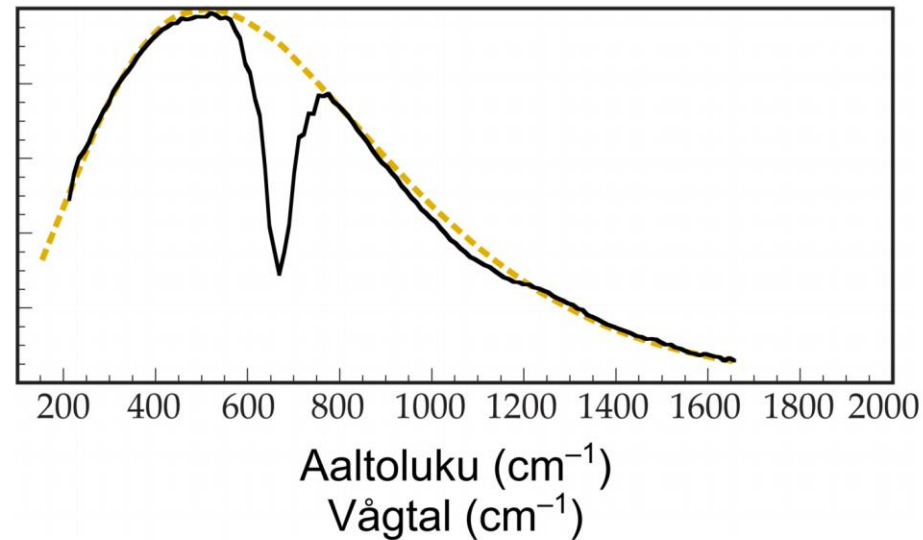
Kuvassa II on esitetty, kuinka paljon eri kasviuonekaasut imevät itseensä eli absorboivat Maasta avaruuteen säteilevää IR-säteilyä. Kuvan II spektri saadaan, kun kuvan I mustalla viivalla kuvatusta spektristä vähennetään teoreettinen ideaalispektri.



Lähde: The International DOI Foundation. <https://doi.org/10.1002/wea.2072>. Viitattu: 14.6.2019. Muokkaus: YTL.

9. F Kuva ja teksti: Marsin kaasukehän koostumus

Mars Global Surveyor -luotaimen mittauksiin perustuva musta yhtenäinen viiva esittää Marsin avaruuteen luovuttamaa säteilyenergiaa säteilyn eri aaltoluviilla. Keltainen katkoviiva kuvaa ideaalispektriä eli Marsin säteilyä avaruuteen tilanteessa, jossa Marsilla ei olisi kaasukehää.



Lähde: Physics Today 64, 1, 33. <https://doi.org/10.1063/1.3541943>. Julkaistu: 2011. Viitattu: 8.8.2019. Muokkaus: YTL.

Spektroskopiotehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9 ratkaisut



9.1. (6 p.)

Kasvihuonekaasu (2 p.)	Mistä ne ovat peräisin? (2 p.)	Miten niitä pääsee ilma-kehään? (2 p.)
Hiilidioksidi	<ul style="list-style-type: none"> Fossiilisten polttoainien käyttö energiantuotannossa ja liikenteessä Metsien häviäminen 	<ul style="list-style-type: none"> Polttoaineet ovat hiilivetyjä, joista syntyy poltettaessa hiilidioksidia ja vettä. Metsien hävitessä niissä ollut hiili vapautuu hiilidioksidina eikä enää sitoudu uudelleen.
Metaani	<ul style="list-style-type: none"> Eloperäisen jätteen hajominen Riisipellot Märehtijöiden ruoansulatus Kaatopaikat 	<ul style="list-style-type: none"> Kun eloperäiset hiilivedyt hajoavat hapettomissa oloissa (esim. kaatopaikalla tai riisipelloilla), syntyy metaania. Metaania syntyy, kun märehtijöiden ruoansulatus hajottaa ravinnoksi nautittua selluloosaa ja muita hiilivetyjä.
Dityppioksidi	<ul style="list-style-type: none"> Maatalouden typpilannoitteet Liikenteen ja energiantuotannon päästöt 	<ul style="list-style-type: none"> Typpilannoitteiden hajoessa muodostuu dityppioksidia. Tyypen oksideja voi muodostua ilman typestä ja hapestä, jos palaminen

Kasvihuonekaasu (2 p.)	Mistä ne ovat peräisin? (2 p.)	Miten niitä pääsee ilma-kehään? (2 p.)
		tapahtuu korkeissa lämpötiloissa.
(Alailmakehän) otsoni	<ul style="list-style-type: none"> Liikenteen ja energiantuotannon päästöt 	<ul style="list-style-type: none"> Palamisessa syntyvät epäpuhtaudet (esim. tyypen oksidit, hiilimonoksidi ja hiilivedyt) reagoivat ilman hapen kanssa muodostaen otsonia.
Halogenoidut hiilivedyt	<ul style="list-style-type: none"> Teollisuudessa ja teollisuustuotteissa niitä käytetään esim. liuottimina, ponnekaasuina sekä kylmäaineina kylmälaitteissa. 	<ul style="list-style-type: none"> Halogenoituja hiilivetyjä haihtuu tai vapautuu ilmaan teollisista prosesseista vapautuu ilmakehään ponnekaasua käytettäessä vuotaa ilmakehään kylmälaitteiden rikkoutuessa.

Spektroskopia- tehtävä

Kemia YO syksy 20, teht 9 ratkaisu

9.2. (5 p.)

Näytteessä on hiilidioksidia ja vettä. (2 p.)

Hiilidioksidi on tunnistettavissa vahvasta absorptiosta esimerkiksi aaltolukualueella $2\ 300\text{ cm}^{-1}$ – $2\ 400\text{ cm}^{-1}$ sekä 600 cm^{-1} – 700 cm^{-1} . Vesi puolestaan on havaittavissa useana piikinä aaltolukualueella $1\ 400\text{ cm}^{-1}$ – $1\ 800\text{ cm}^{-1}$. (3 p.)

9.3. (6 p.)

Ilmakehän voimakkaimmat kasvihuonekaasut ovat aineiston perusteella vesihöyry, hiilidioksidi ja otsoni. (2 p.)

Kasvihuoneilmiön syntyyyn vaikuttavat voimakkaimmin kaasut, jotka absorboivat kokonaisuudessaan eniten maan pinnasta avaruuteen emittoituvaa energiaa. Kuvaajien mukaan

kaasuista vesihöyry absorboi eniten maan pinnasta avaruuteen emittoituvaa energiaa aaltolukualueilla 200 cm^{-1} – 600 cm^{-1} ja $1\ 400\text{ cm}^{-1}$ – $1\ 800\text{ cm}^{-1}$. Hiilidioksidi absorboi puolestaan suuren määrän energiaa aaltolukualueella 600 cm^{-1} – 750 cm^{-1} . Otsoni absorboi kolmanneksi eniten energiaa lähinnä aaltolukualueella $1\ 000\text{ cm}^{-1}$ – $1\ 100\text{ cm}^{-1}$. (4 p.)

(Huom! Kasvihuonekaasujen ilmastovaikutusta arvioitaessa on myös huomattava, että kaasujen viipymääjat ilmakehässä ovat hyvin erilaisia – esimerkiksi hiilidioksidi on hyvin pitkäikäinen. Toiseksi kaasujen konsentraatiot ilmakehässä eivät ole toisistaan riippumattomia. Esimerkiksi vesihöyryn määrä lisääntyy, kun ilmakehä lämpenee. Kolmanneksi kaasujen vaikutus riippuu myös siitä, missä ilmakehän osissa ne ovat. Näitä tarkasteluja ei arvioida tässä tehtävässä.)

9.4. (3 p.)

Marsin ilmakehä koostuu pääosin hiilidioksidista. (1 p.)

Kuvaajasta nähdään, että ilmakehä absorboi energiaa lähinnä aaltolukualueella 600 cm^{-1} – 750 cm^{-1} , mikä on aineistojen 9. C ja 9. E kuvaajien mukaan tyypillistä hiilidioksidille. (2 p.)

Spektroskopiotehtävä

Kemia preli kevät 21



11. Rautapitoisuuden määrittäminen jätevedestä 20 p.

Aineisto

11.A Tiedosto: O-fenantroliinin rakennemalli

Teoriaa

Rauta hapetusluvulla +II reagoi o-fenantroliini -yhdisteen (aineisto 11.A) (lyhenne phen) kanssa muodostaen oranssinpunaisen $\text{Fe}(\text{phen})_3^{2+}$ -kompleksin. Kompleksin intensiteetti on riippumaton liuoksen happamuudesta. Kompleksi muodostuu kuitenkin nopeammin alemmilla pH-luvuilla (3,0–3,5), joten liuoksen happamuutta usein säädellään tämän vuoksi. Jos rautaa esiintyy hapetusluvulla +III, ne pelkistetään hapetusluvulle +II hydroksyyliamiinilla (H_3NO) ennen o-fenantroliinin lisäystä.

Kompleksin muodostusta voi haitata fosfaattien ja muiden metalli-ionien, mm. Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} ja Cd^{2+} , läsnäolo. Näiden metalli-ionien vaikutus minimoidaan lisäämällä ylimäärin hydroksyyliamiinia (samalla varmistuu Fe^{3+} -ionien pelkistyminen Fe^{2+} -ioneiksi). Fosfaatti poistetaan keittämällä liuoksia (lisätään liuokseen happoa happamuuden varmistamiseksi).

Näytteiden ja standardiliuoksien absorbanssit mitataan 510 nm aallonpituudella. Määritys soveltuu hyvin näytteille, joissa rautapitoisuus on välillä 0,2–4,0 mg Fe/l.

11.1. Standardiliuoksien valmistus (erillinen laskutehtävä) 5 p.

Miten valmistat (työvälineet, työvaiheet) 0,10 M Fe^{2+} -liuoksesta näytteen pitoisuuden (g/l) määrittämiseen tarvittavat (2 kpl) tarkat standardiliuokset? Standardiliuoksina käytetään 0,010 M ja 0,050 M -liuoksia.

Kokeellinen osio

Työohje

Siirretään 50 ml näytettä sopivaan (esim. 125 ml) Erlenmeyer-pulloon. Lisätään näytteeseen 2 ml väkevää suolahappoa HCl ja 1 ml hydroksyyliamiinia. Kuumennetaan liuos kiehuvaan ja jatketaan keittämistä, kunnes liuos on vähentynyt 15–20 millilitraan. Jäähdytetään huoneen lämpötilaan. Tämän jälkeen näyteliuos siirretään 50 ml mittapulloon, lisätään puskuriksi 10 ml ammoniumasetaattia ja kompleksin muodostamiseen 2 ml o-fenantroliinia (pitoisuus 1000 ppm), ja laimennetaan mittapullon tilavuuteen. Odotetaan 10–15 minuuttia värin kehittymistä ennen absorbanssin mittausta UV-spektrofotometrillä. Kalibrintiliuokset valmistetaan samalla tavalla kuin näyteliuos käyttämällä tunnettua määrää Fe^{2+} -ioneja.

Mittauksen suorittaminen ja näytteen pitoisuuden määrittäminen

Näytteen vertailua varten on tehty kaksi standardiliuosta, joiden absorbanssit ovat

- 1. standardiliuos: $c(\text{Fe}^{2+}) = 0,050$ mmol/l, absorbanssi = 0,5109
- 2. standardiliuos: $c(\text{Fe}^{2+}) = 0,010$ mmol/l, absorbanssi = 0,1008
- Näytteen absorbanssi = 0,269

11.2. Piirrä standardisuora ja määritä näytteen konsentraatio. 5 p.

Spektroskopiotehtävä

Kemia YO kevät 21



10. Paikallispuudutteen valmistus 20 p.

Aineisto

10.A Kuva: Bupivakaiinin valmistus

10.B Tiedosto: Bupivakaiinin rakenne MarvinSketch-tiedostona

Bupivakaiini on paikallispuudutteenä käytetty lääkeaine. Tutustu bupivakaiinin valmistukseen kuvassa 10.A, ja vastaa tehtäviin 10.1–10.4.

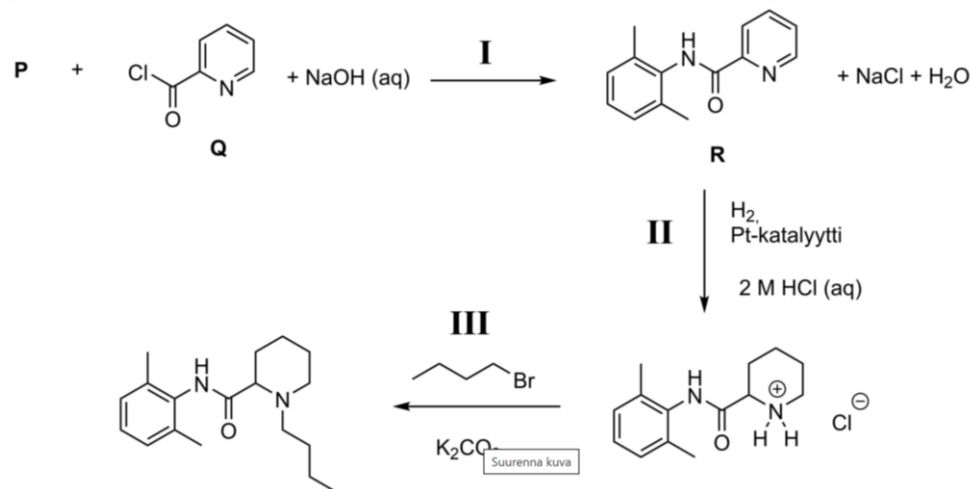
10.1 Piirrä lähtöaineen P rakennekaava. 4 p.

10.2 Vaiheessa I lähtöaineet P ja Q liuotettiin heptaniiniin, ja seosta sekoitettiin voimakkaasti. Kun reaktio oli lopussa, seosta lisäsi vettä sisältävä alempi kerros. Miksi kerrokset eivät sekään liukenevat parhaiten? 6 p.

10.3 Reaktiosarjan lopputuotteen eli bupivakaiinin puhtautta tutkittiin sekä kromatografialla että mittaamalla tuotteesta ^1H NMR-spektri. Miten näillä menetelmillä saadaan selville, onko bupivakaiinissa epäpuhtauksina välituotteita R tai S?

4 p.

10.A Kuva: Bupivakaiinin valmistus



10.3 (4 p.)

Yhdisteistä R ja S tulee eri kohtiin piikit tai täplät riippuen käytetystä kromatografiamenetelmästä.

Kromatografiassa aineet voidaan tunnistaa käyttämällä yhdisteitä R ja S vertailunäytteinä. (2 p.)

^1H NMR-spektroskopiassa yhdisteet voidaan tunnistaa vertailunäytteiden spektrien perusteella.

Epäpuhtauksista peräisin olevat piikit näkyvät hieman eri kemiallisen siirtymän alueella spektrissä kuin puhtaan bupivakaiinin piikit. (2 p.)



LISÄTIETOA, YHTEYSTIEDOT

ChemEdu, Ari Myllyviita

Email: ari@myllyviita.fi

www: www.myllyviita.fi

Blogi: www.myllyviita.fi/kemia

Twitter: myllyviita

Facebook: myllyviita