

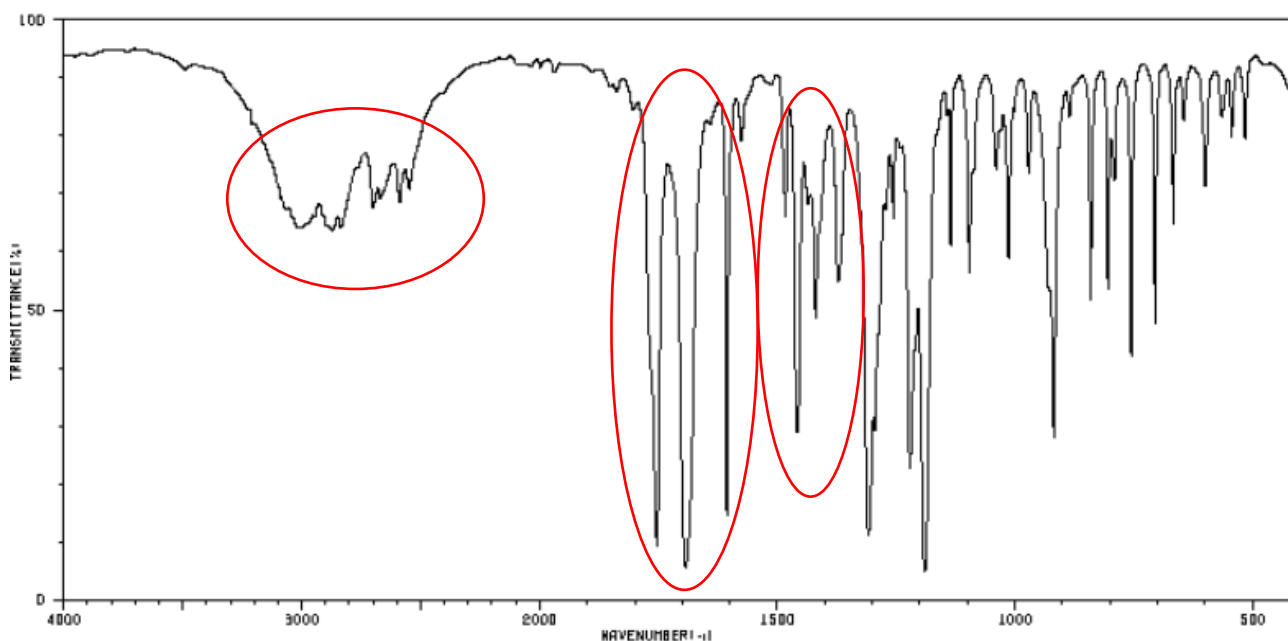
Spektroskopia tutuksi -kokonaisuuden lopputehtävä

Olet nyt aiemmissa osuuksissa opetellut IR, MS ja NMR-spektrien tulkintaa. Tässä tehtävässä pääset kokeilemaan oppimaasi käytännössä. Orgaanisen kemian laboratorion spektriansio on mennyt sekaisin. Auta tutkijoita selvittämään alla olevien spektrien perusteella mikä seuraavista yhdisteistä on kyseessä. Perustele päätelmäsi spektrien avulla.

Vaihtoehdot olivat 5-bromipentaanihappo, karbonyylidiamidi ja asetyylisalisyylihappo.

Oikea vastaus on asetyylisalisyylihappo. Alla on spektrien avulla tehdyt perustelut vastauksista.

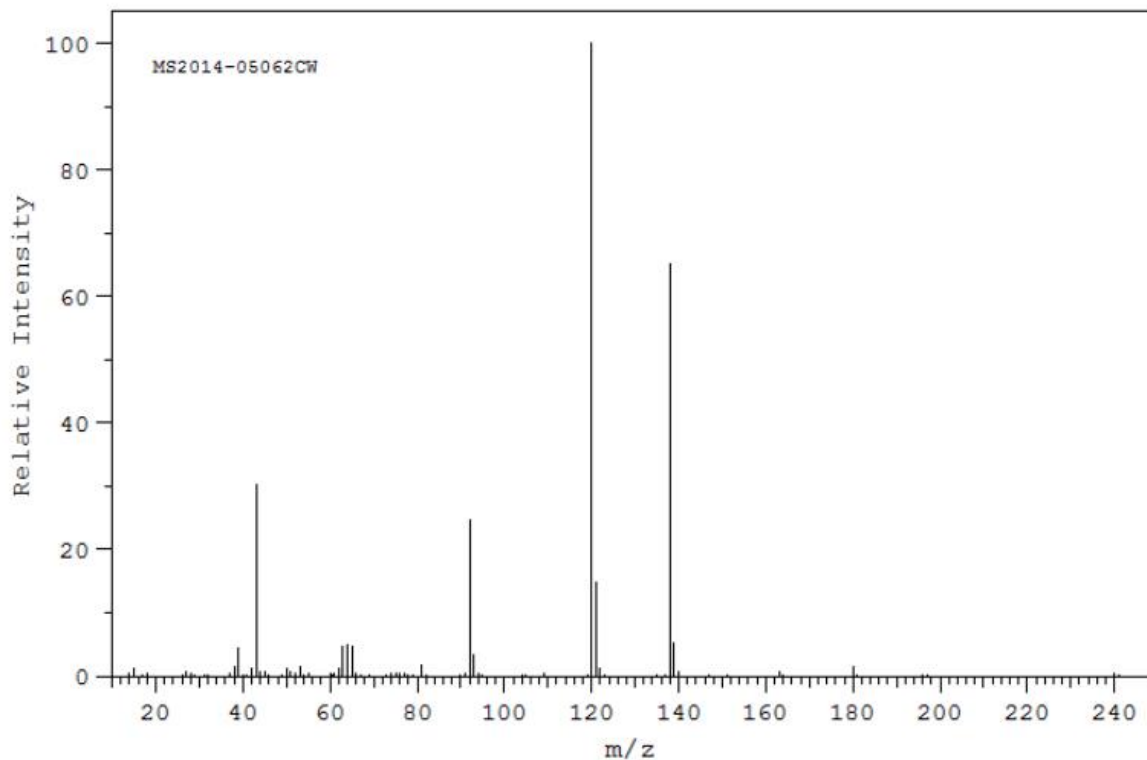
IR



IR-spektristä nähdään leveä piikki 3000 paikkeilla, joka viittaa siihen, että yhdiste sisältää OH-ryhmän. Lisäksi vahvoja piikkejä näkyy 1700 kohdalla, minkä perusteella yhdiste sisältää C=O-sidoksen eli jonkin karbonyyliryhmän.

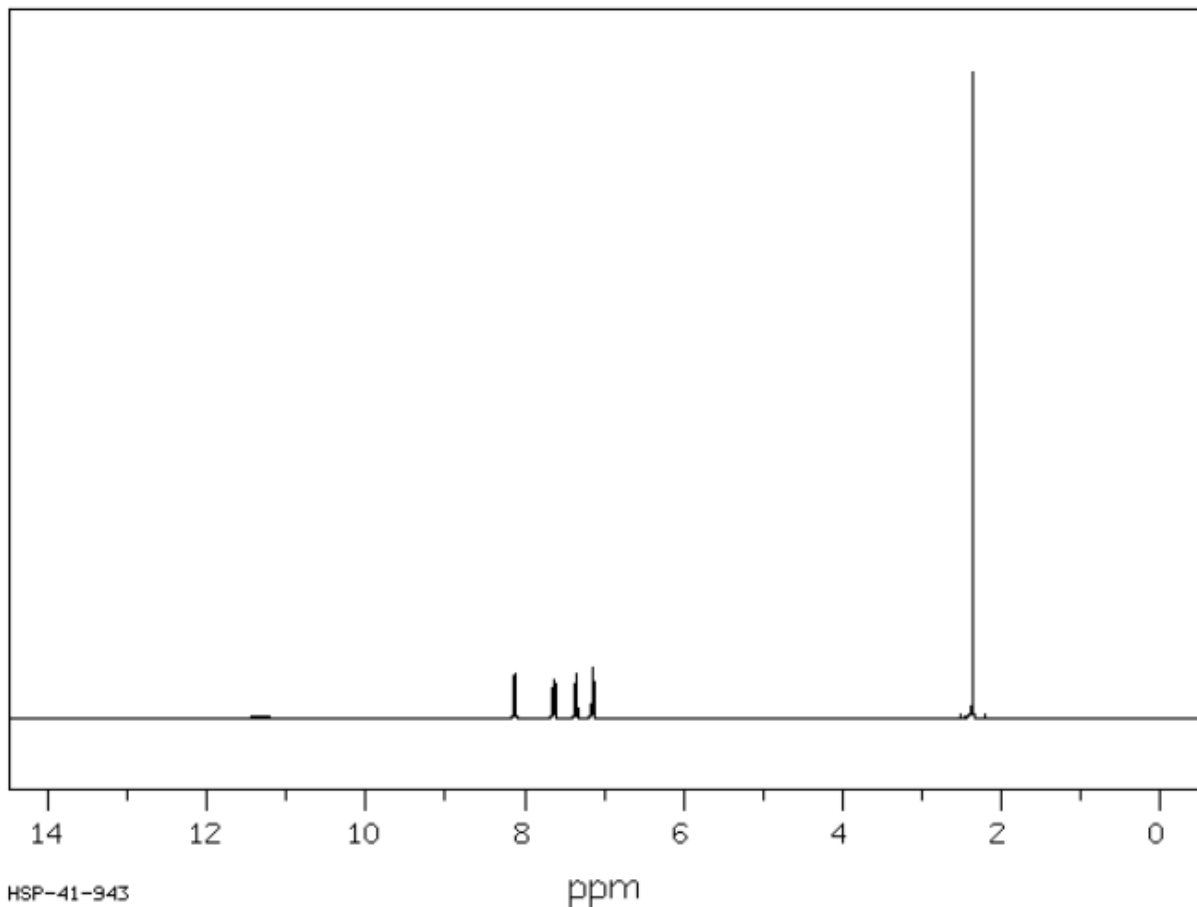
Kun halutaan varmistaa, onko kyseessä aspiriini, voidaan 1700 lähistön piikkejä katsoa tarkemmin. 1800 kohdalla on vahva piikki, joka viittaa esterin C=O-sidokseen ja 1700 piikki, joka tulee karboksyylihapon C=O-sidoksesta. Lisäksi spektrissä on havaittavissa aromaattisia C-C-sidoksen aiheuttamia piikkejä 1500 paikkeilla.

MS



Massaspektrin tulkintaa varten voidaan laskea yhdisteiden molekyyli-ionien massat. 5-bromipentaanin sekä asetyylisalisyylihapon molekyyli-ionin massaksi saadaan 180 ja karbonylidiamidille massaksi saadaan 60. Massaspektrissä on havaittavissa piikki 180 kohdalla, joten karbonylidiamidi voidaan heti jättää pois laskuista. Spektrissä ei näy piikkiä $M^{+}+2$ piikkiä eli piikkiä massayksiköllä 182, joten voidaan olettaa, että yhdiste ei sisällä bromia. Tämän perusteella kyseessä voisi todennäköisimmin olla asetyylisalisyylihappo.

¹HNMR



¹HNMR-spektri on hieman vaikeampi tulkita. Spektri ei voi olla ainakaan karbonyylidiamidi, sillä yhdisteen spektrissä olisi vain yksi signaali amiinin 1–6 ppm arvolla. Karbonyylidamidissa on vain neljä vetyä, jotka ovat samanlaisia. Tarkastellaan seuraavaksi mitä rakenteita kahdessa muussa molekyyleissä on. 5-bromipentaanihapon ¹HNMR-spektrissä pitäisi näkyä karboksyylihapporyhmän (RCOOH) vety, BrC-H-ryhmän vety ja kolme erilaista R₂CH₂-ryhmää. Asetyylisalisylaatin spektrissä puolestaan pitäisi näkyä karboksyylihapporyhmän vety, metyyliryhmä ja neljä erilaista aromaattista vetyä (Ar-H). Verrataan spektrin siirtymiä taulukkokirjassa listattuihin kemiallisiin siirtymiin. Arvojen perusteella voidaan todeta, että vasemmanpuoleisin siirtymä on karboksyylihapporyhmän vety, mutta tämä ei poissulje toista molekyylä. Taulukosta huomataan, että R₂CH₂-ryhmän siirtymät näkyvät alueella 1,5–4,5 ppm, kun taas aromaattisten vetyjen siirtymät joutuvat alueelle 6–10 ppm. Spektrissä nähdään useampi signaali 7 ja 8 ppm välillä, mikä viittaa asetyyylisalisylaatin aromaattisiin vetyihin. Vahva singletti noin 2,4 ppm kohdalla kuuluisi tällöin metyyliryhmälle, mikä myös sopii hyvin yhteen taulukkokirjan arvolle R-CH₃-ryhmän siirtymälle. Spektrissä ei myöskään ole BrC-H-ryhmän kemiallisen siirtymänsignaalia 2,5–4 ppm kohdalla. Kaiken tämän perusteella voidaan päätellä, että kyseessä on asetyyylisalisylaatin ¹HNMR-spektri.

