

СТРАТЕГІЇ ДОСЛІДЖЕННЯ ХІМІЧНИХ СПОЛУК З ВИКОРИСТАННЯМ СУЧАСНИХ ФІЗИЧНИХ МЕТОДІВ

Частина перша

ПИТАННЯ, ЩО ПОСТАЮТЬ ПЕРЕД ХІМІКАМИ ПРИ ВИВЧЕННІ НЕВІДОМИХ ХІМІЧНИХ СПОЛУК

- ЯКИЙ СКЛАД (БРУТТО-ФОРМУЛУ) МАЄ СПОЛУКА?
- ЯКІ ФУНКЦІОНАЛЬНІ ГРУПИ (СТРУКТУРНІ ФРАГМЕНТИ) МАЄ МОЛЕКУЛА?
- ЯКОЮ Є МОЛЕКУЛЯРНА ТОПОЛОГІЯ (ПОСЛІДОВНІСТЬ ХІМІЧНИХ ЗВ'ЯЗКІВ)?
- ЯКОЮ Є ПРОСТОРОВА БУДОВА МОЛЕКУЛ СПОЛУКИ, ЩО ДОСЛІДЖУЄТЬСЯ?
- ДЕТАЛІ БУДОВИ: ЧИ НАЯВНІ В МОЛЕКУЛІ ВОДНЕВІ ЗВ'ЯЗКИ, В ЯКІЙ ТАУТОМЕРНІЙ ФОРМІ ІСНУЄ СПОЛУКА І Т.П.?
- ЯКОЮ Є ВНУТРІШНЬО- І МІЖМОЛЕКУЛЯРНА ДИНАМІКА МОЛЕКУЛ СПОЛУКИ?
- ЯКІ ФІЗИЧНІ І ХІМІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ МАЄ СПОЛУКА?
- ЧИ МОЖЕ СПОЛУКА УТВОРЮВАТИ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНІ КОМПЛЕКСИ, АСОЦІАТИ І Т.П.?

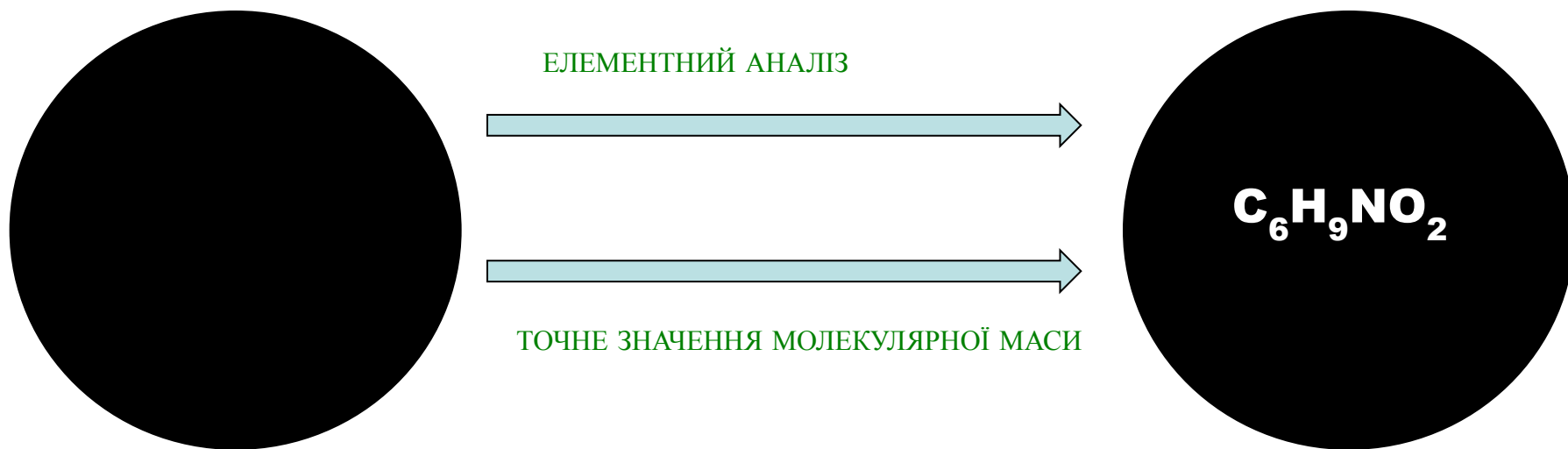
ПИТАННЯ, ЩО ПОСТАЮТЬ ПЕРЕД ХІМІКАМИ ПРИ ВИВЧЕННІ НЕВІДОМИХ ХІМІЧНИХ СПОЛУК

- ЯКИЙ СКЛАД (БРУТТО-ФОРМУЛУ) МАЄ СПОЛУКА?
- ЯКІ ФУНКЦІОНАЛЬНІ ГРУПИ (СТРУКТУРНІ ФРАГМЕНТИ) МАЄ МОЛЕКУЛА?
- ЯКОЮ Є МОЛЕКУЛЯРНА ТОПОЛОГІЯ (ПОСЛІДОВНІСТЬ ХІМІЧНИХ ЗВ'ЯЗКІВ)?
- ЯКОЮ Є ПРОСТОРОВА БУДОВА МОЛЕКУЛ СПОЛУКИ, ЩО ДОСЛІДЖУЄТЬСЯ?
- ДЕТАЛІ БУДОВИ: ЧИ НАЯВНІ В МОЛЕКУЛІ ВОДНЕВІ ЗВ'ЯЗКИ, В ЯКІЙ ТАУТОМЕРНІЙ ФОРМІ ІСНУЄ СПОЛУКА І Т.П.?
- ЯКОЮ Є ВНУТРІШНЬО- І МІЖМОЛЕКУЛЯРНА ДИНАМІКА МОЛЕКУЛ СПОЛУКИ?
- ЯКІ ФІЗИЧНІ І ХІМІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ МАЄ СПОЛУКА?
- ЧИ МОЖЕ СПОЛУКА УТВОРЮВАТИ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНІ КОМПЛЕКСИ, АСОЦІАТИ І Т.П.?

- ЯКИЙ СКЛАД (БРУТТО-ФОРМУЛУ) МАЄ СПЛУКА?

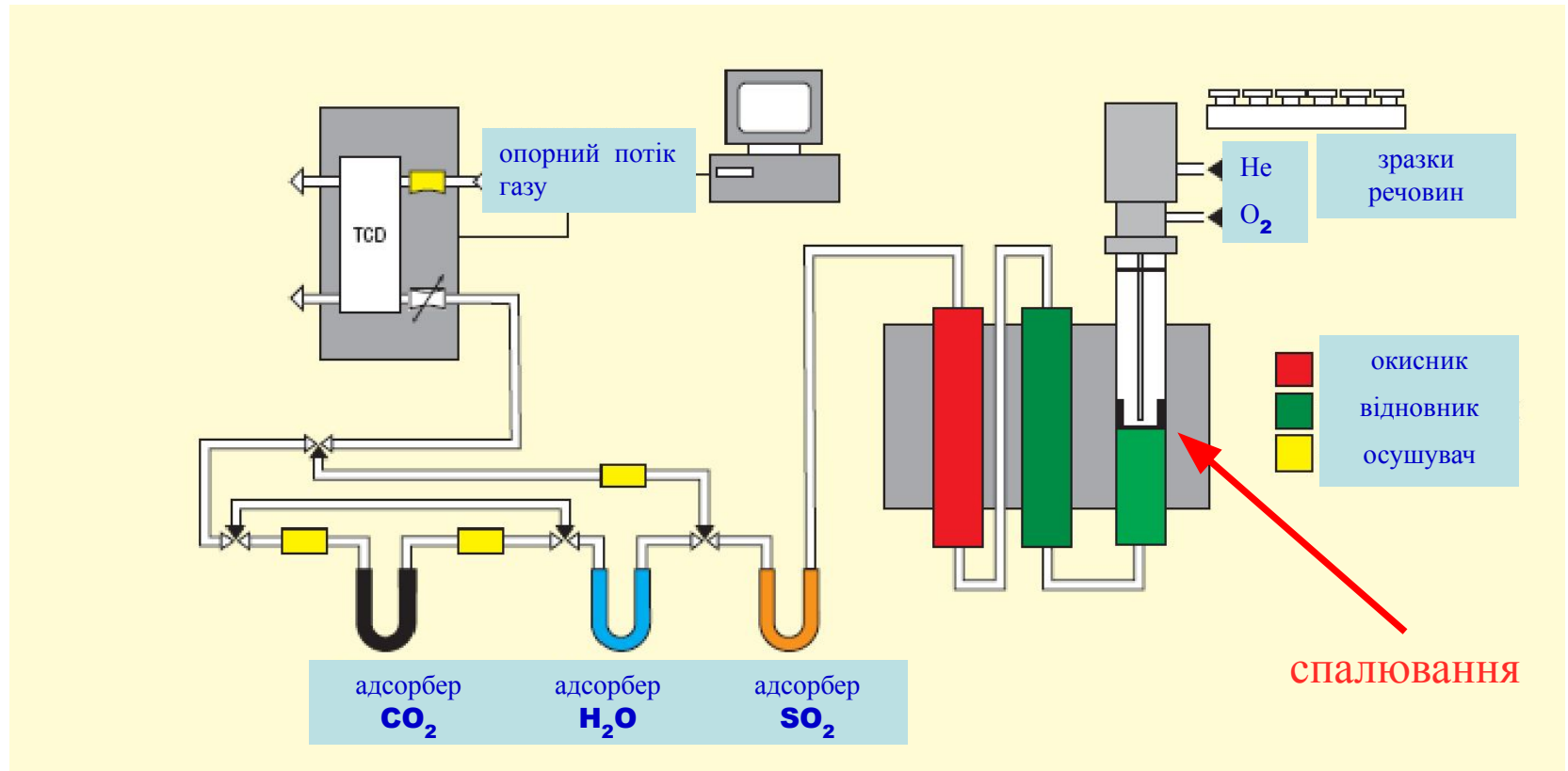
- Чи є сполука індивідуальною?

- Які гіпотези щодо складу і будови сполуки можна зробити, виходячи зі схеми синтезу чи інших попередніх даних?

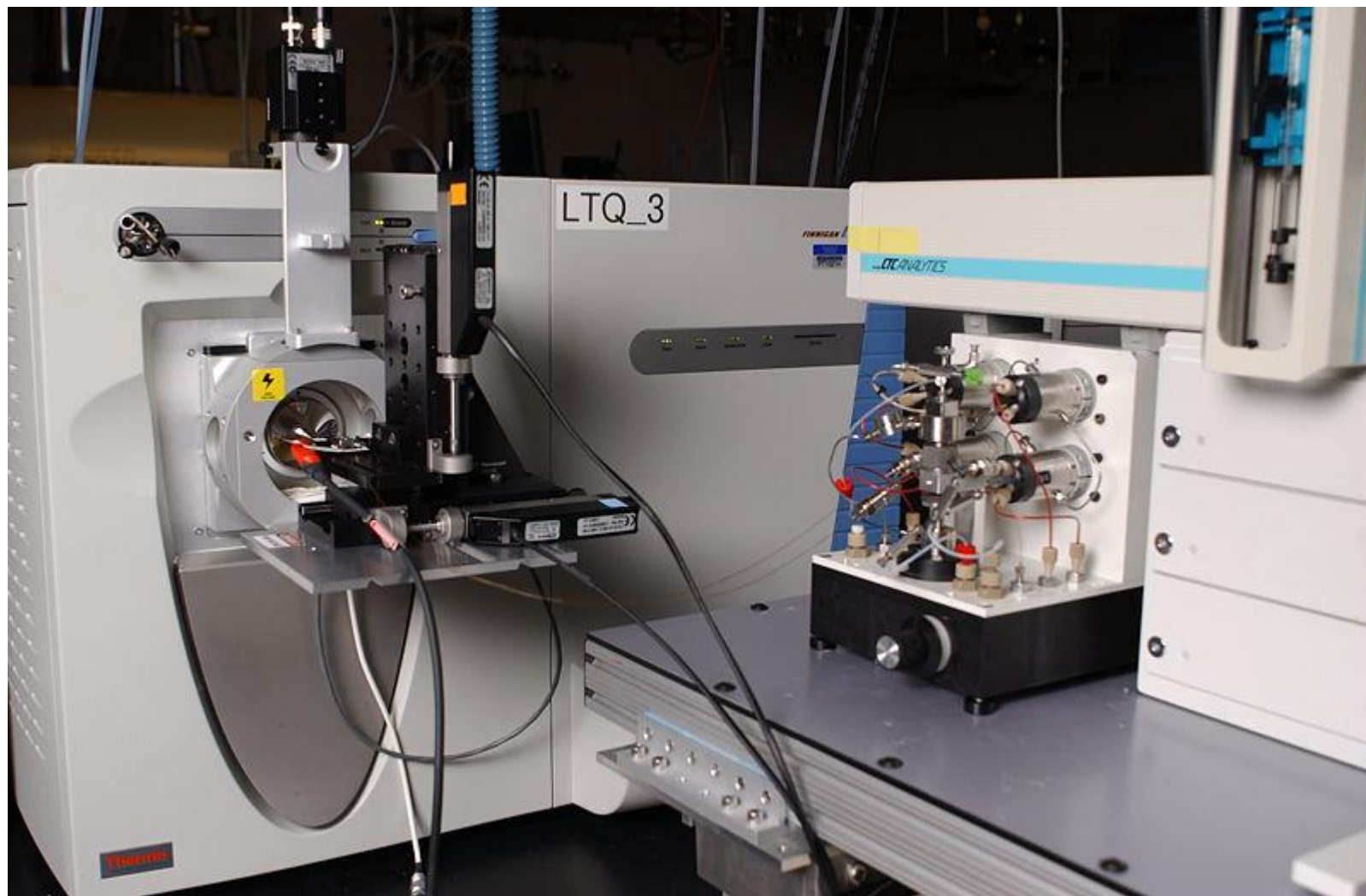


КІЛЬКІСНИЙ ЕЛЕМЕНТНИЙ АНАЛІЗ

БАЗУЄТЬСЯ НА РЕАКЦІЇ СПАЛЮВАННЯ СПЛУК, ЩО ДОСЛІДЖУЮТЬСЯ



ΧΡΟΜΑΤΟ-ΜΑΣ ΣΠΕΚΤΡΟΜΕΤΡ



- ЯКІ ФУНКЦІОНАЛЬНІ ГРУПИ (СТРУКТУРНІ ФРАГМЕНТИ) МАЄ МОЛЕКУЛА?



ІЧ СПЕКТР



МАС-СПЕКТР



УФ-СПЕКТР



АНАЛІЗ ХІМІЧНИХ ЗСУВІВ В
“РУТИННИХ” 1H - ТА ^{13}C -ЯМР-
СПЕКТРАХ, **DEPT/INEPT**



- ЯКОЮ Є МОЛЕКУЛЯРНА ТОПОЛОГІЯ
(ПОСЛІДОВНІСТЬ ХІМІЧНИХ ЗВ'ЯЗКІВ)?

АНАЛІЗ ПРОТОННИХ ТА ^{13}C
МУЛЬТИПЛЕТІВ



DEPT/INEPT



НН- ТА СН-**COSY, TOCSY, (HSQC)**, ІНШІ
ПРОТОН-ГЕТЕРОЯДЕРНІ КОРЕЛЯЦІЇ



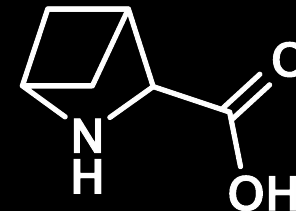
HMBC



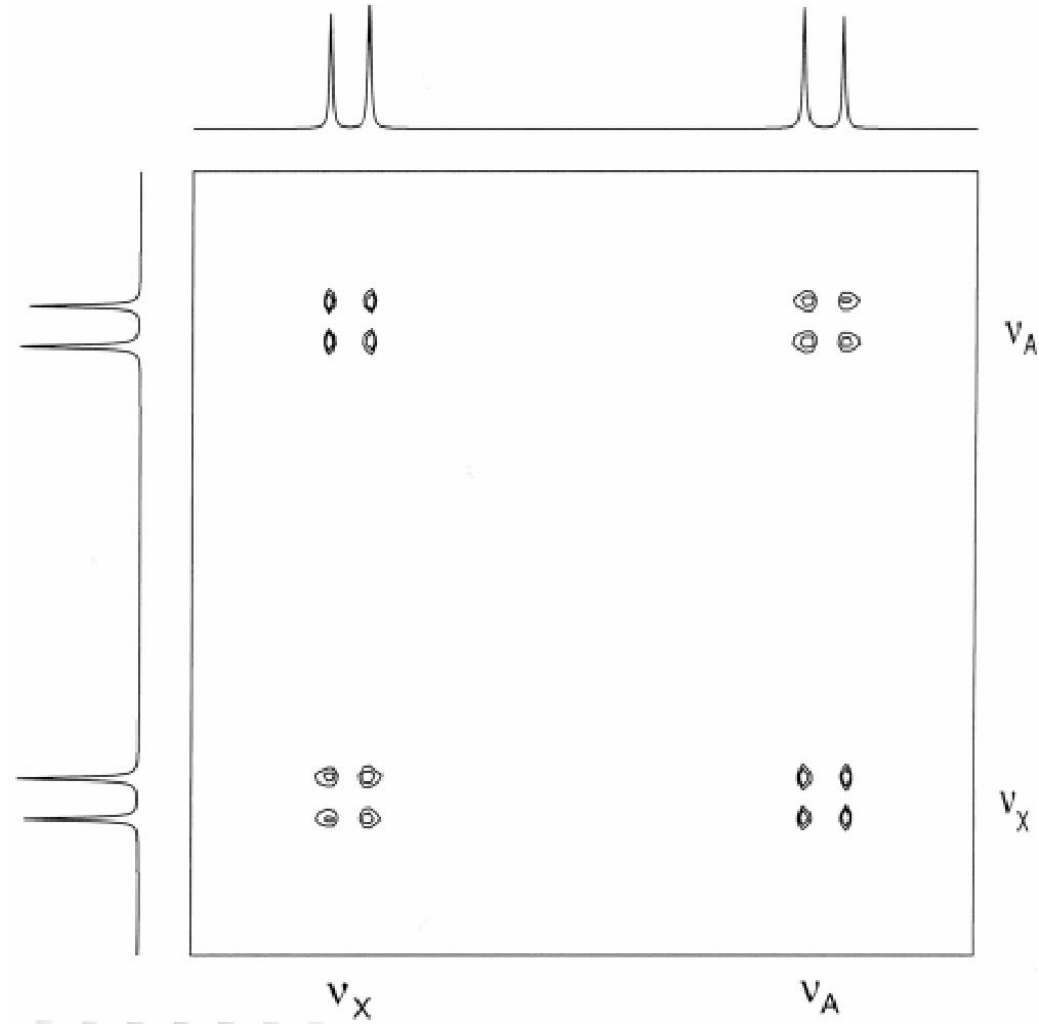
INADEQUATE



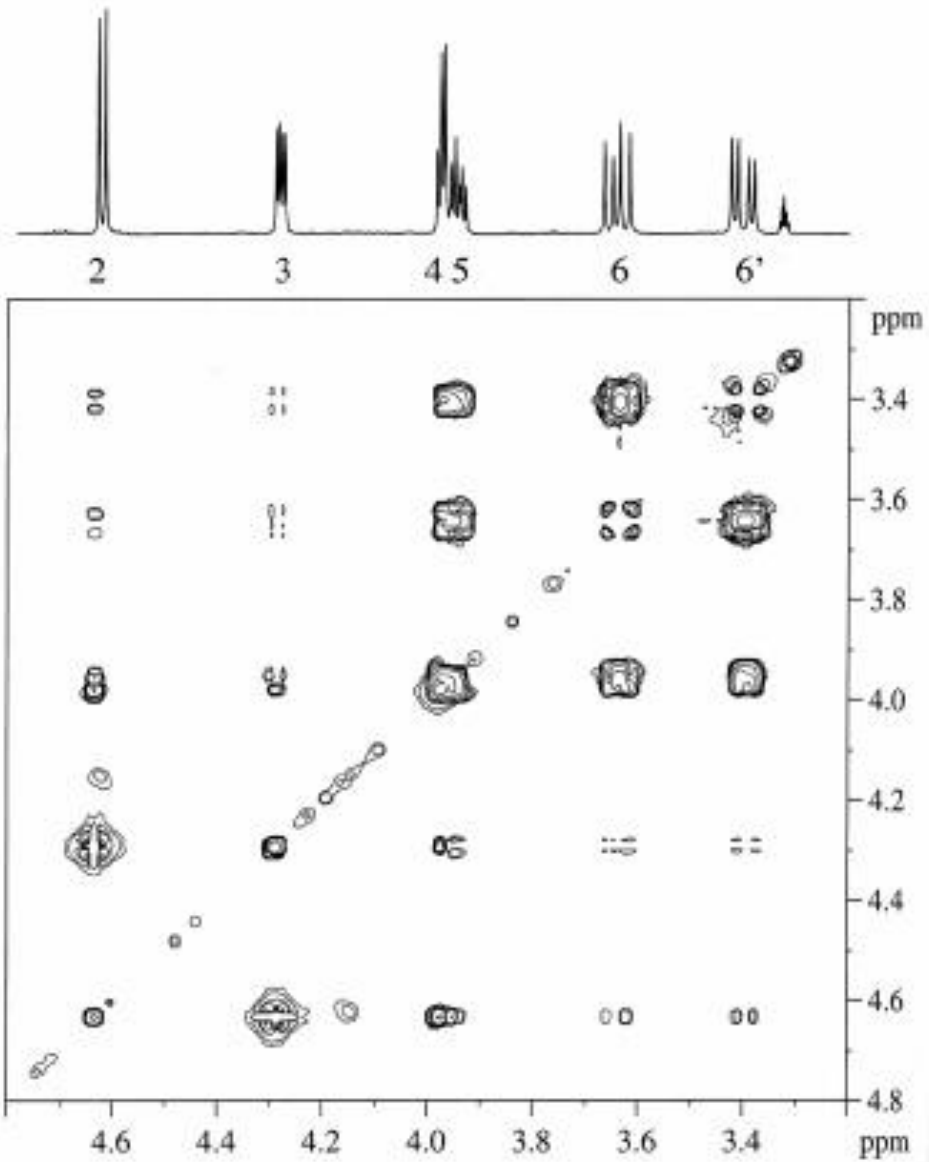
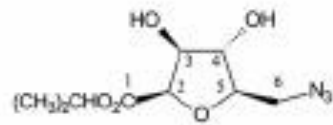
Фрагменти: **NH**
CHCOOH,
2xCH, **2xCH₂**



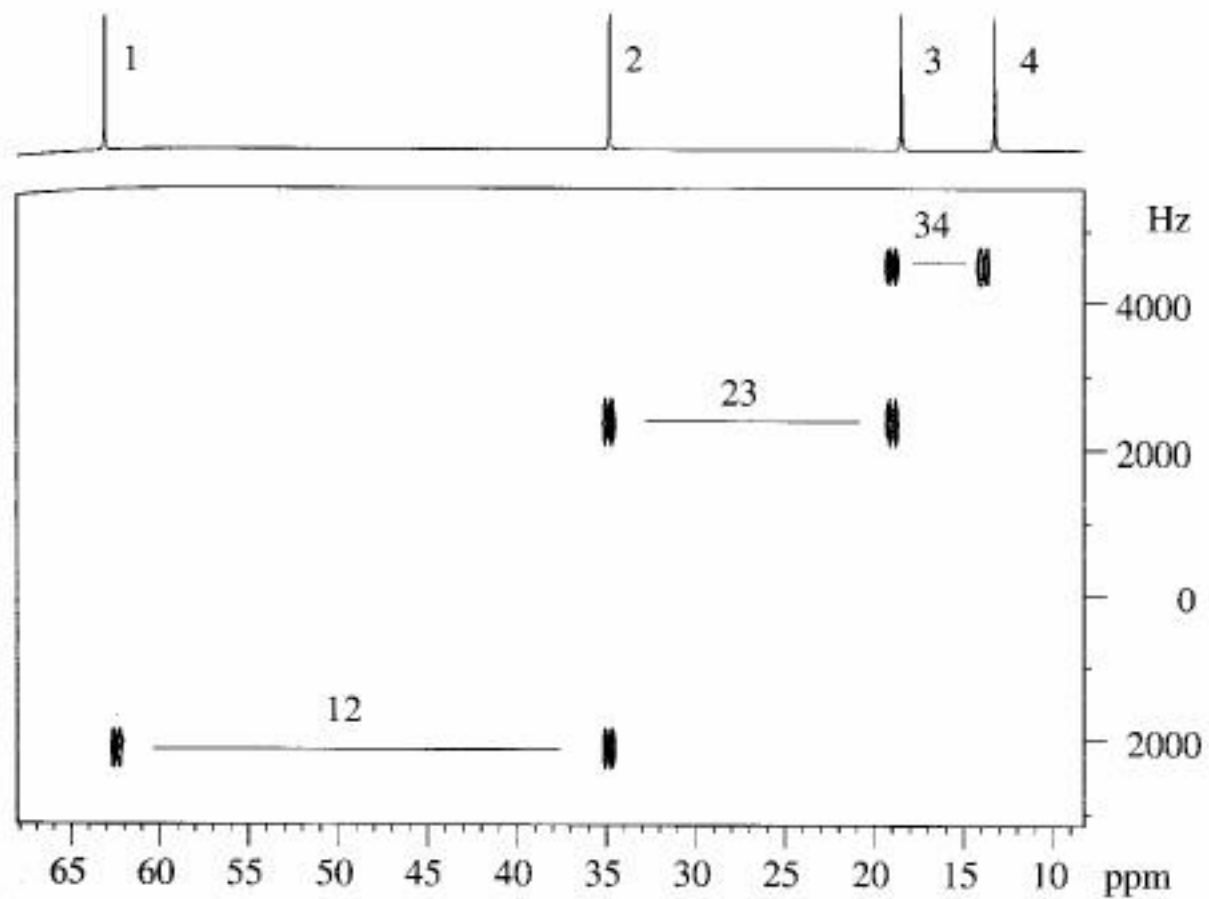
COSY



TOCSY



INADEQUATE



- ЯКОЮ Є ПРОСТОРОВА БУДОВА МОЛЕКУЛ СПОЛУКИ,
ЩО ДОСЛІДЖУЄТЬСЯ?

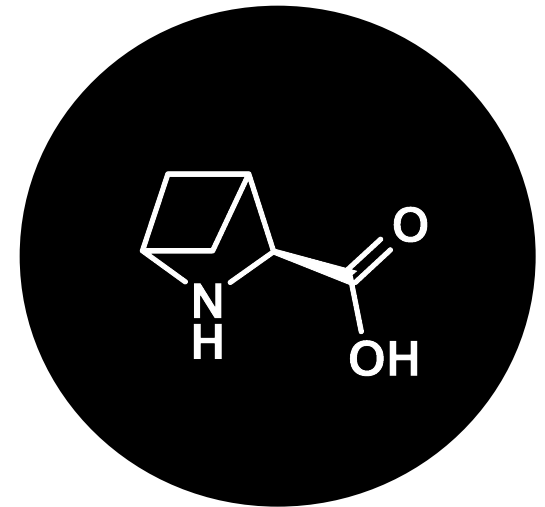
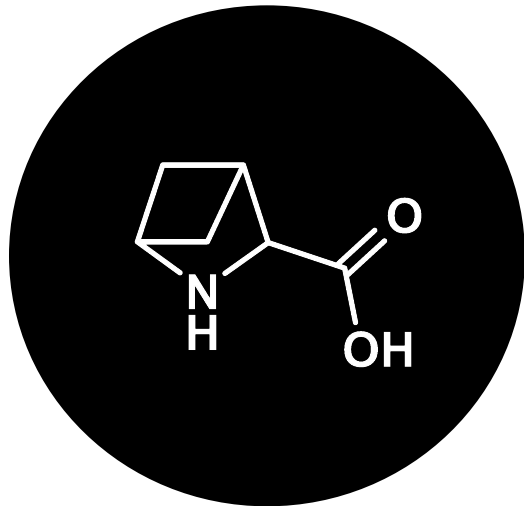
АНАЛІЗ C-H, C-C, ТА ІНШИХ
КССВ



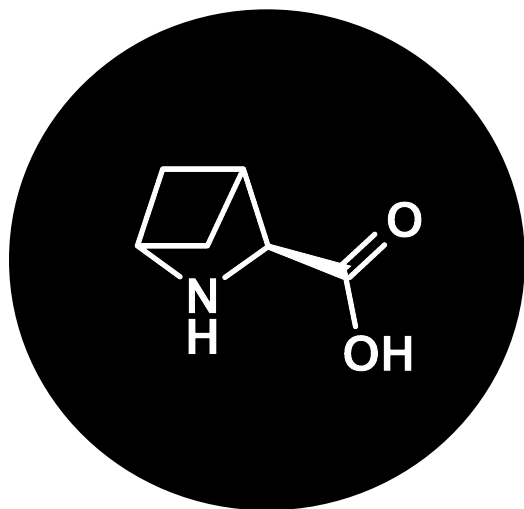
1D- ТА 2D-NOE (NOESY)



ЗСУВАЮЧІ РЕАГЕНТИ



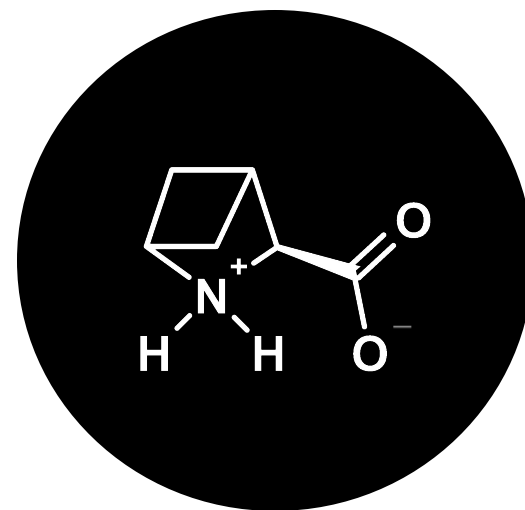
- ДЕТАЛІ БУДОВИ: ЧИ НАЯВНІ В МОЛЕКУЛІ ВОДНЕВІ ЗВ'ЯЗКИ, В ЯКІЙ ТАУТОМЕРНІЙ ФОРМІ ІСНУЄ СПОЛУКА І Т.П.?



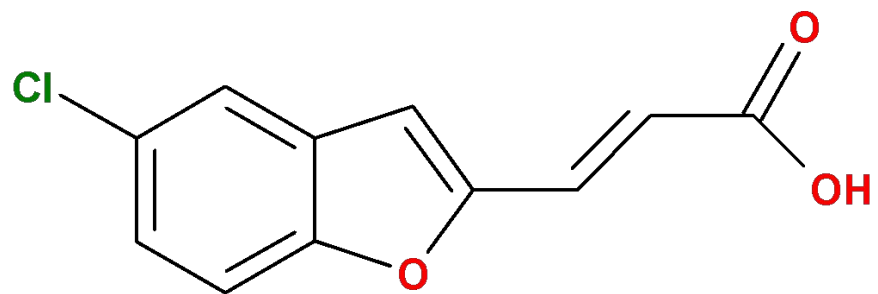
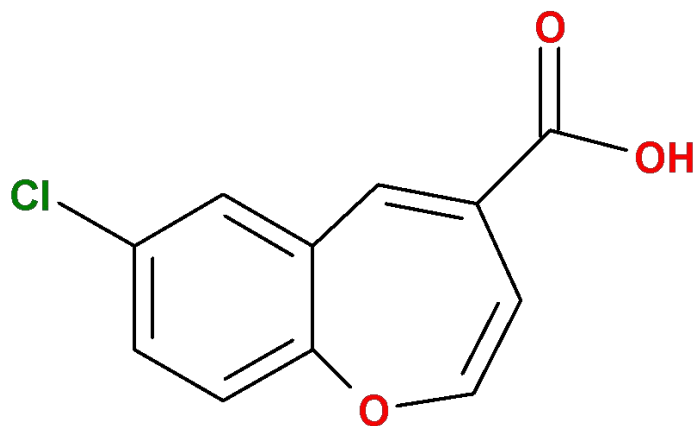
ДЕТАЛЬНИЙ АНАЛІЗ ІЧ ТА
ЯМР-СПЕКТРІВ



ЕЛЕКТРОННА
СПЕКТРОСКОПІЯ



ПРИКЛАД 1
(^1H -, ^{13}C -ЯМР, DEPT)



ПРИКЛАД 1 (¹H-ЯМР)

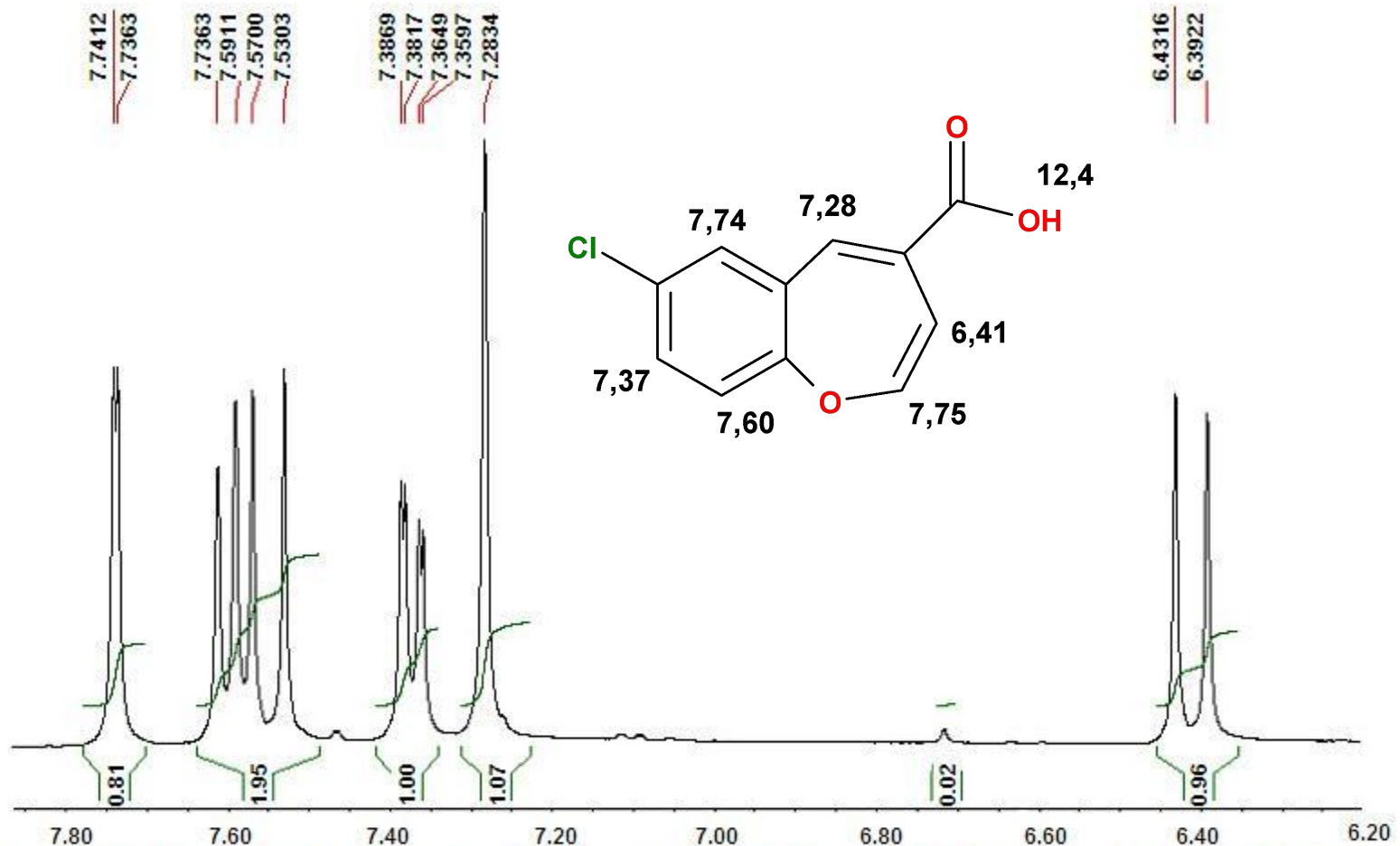


Рис. 1. Спектр ¹H сполуки 1 (розчинник – ДМСО-D₆, робоча частота спектрометра ($\nu_{\text{спектрометра}}$) складає 400 МГц для протонів). Показана лише інформативна частина спектру. Окрім зображених сигналів, в спектрі міститься також уширений сигнал карбоксильної групи при 12,4 м.ч.

ПРИКЛАД 1 (¹H-ЯМР)

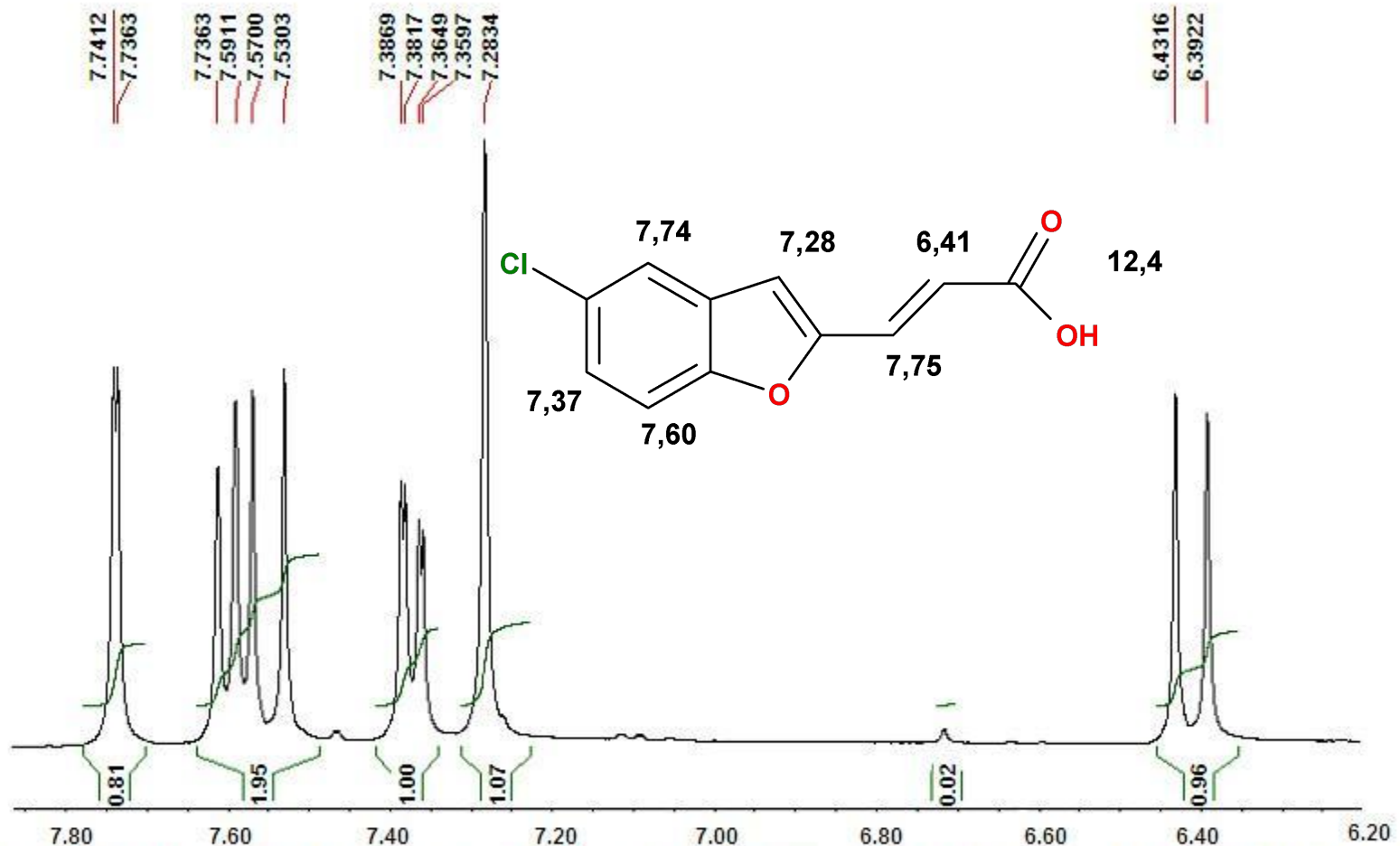
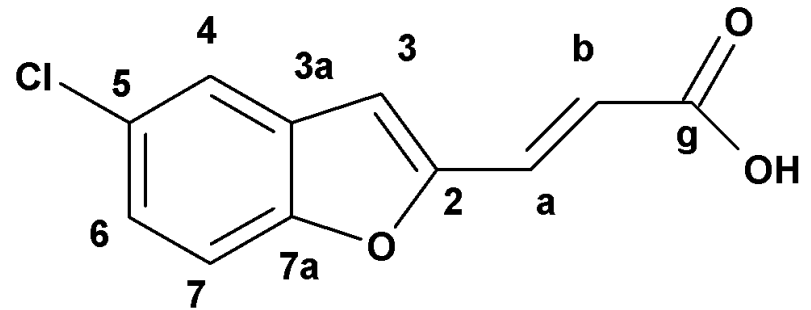
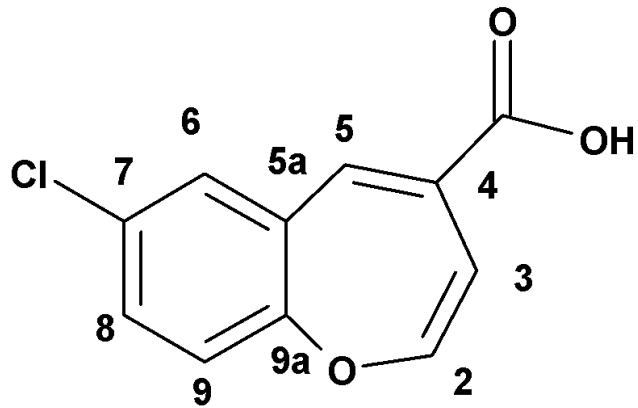


Рис. 1. Спектр ¹H сполуки 1 (розчинник – ДМСО-D₆, робоча частота спектрометра ($\nu_{\text{спектрометра}}$) складає 400 МГц для протонів). Показана лише інформативна частина спектру. Окрім зображених сигналів, в спектрі міститься також уширений сигнал карбоксильної групи при 12,4 м.ч.

ПРИКЛАД 1
(¹³C-ЯМР)



ПРИКЛАД 1 (¹³C-ЯМР)

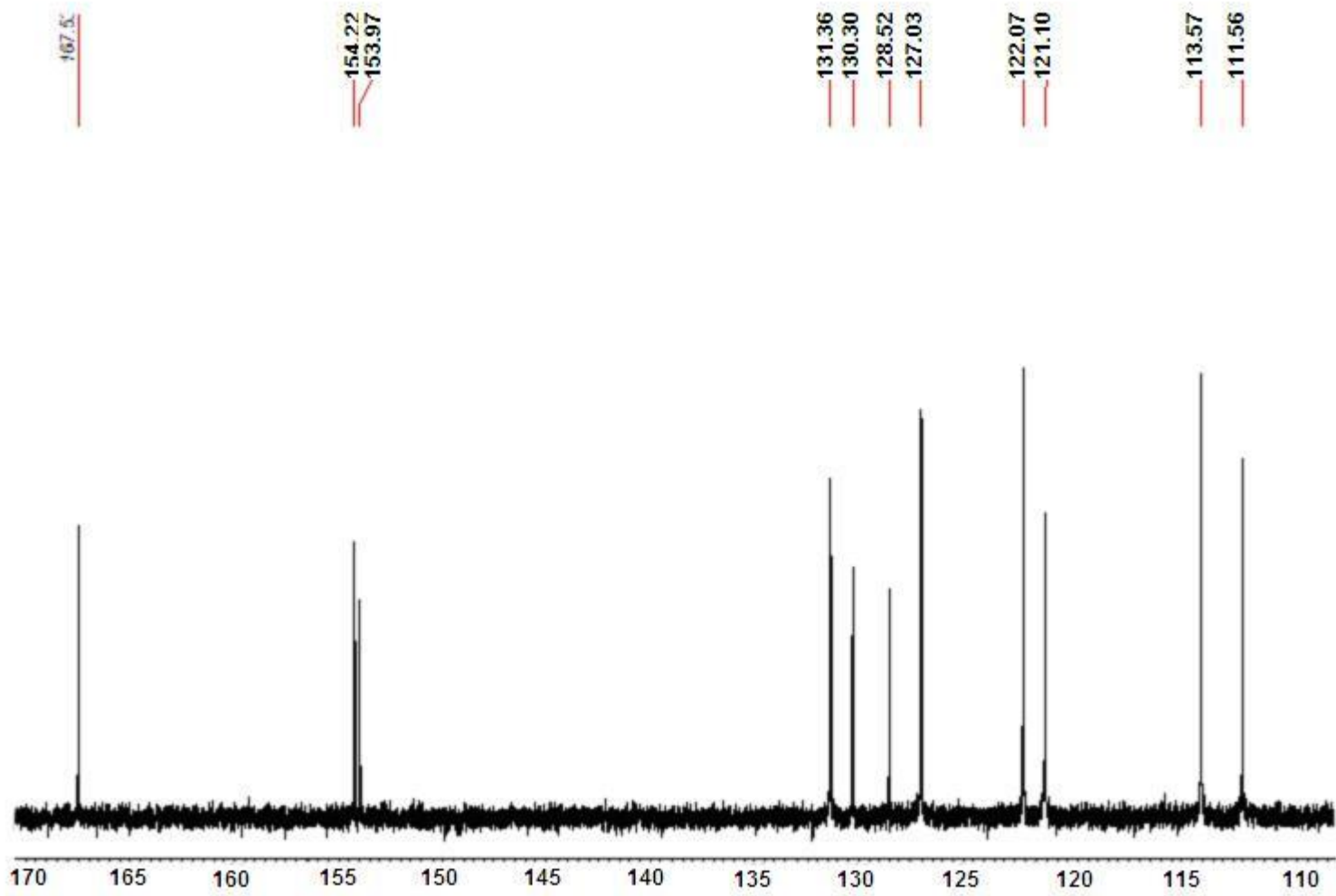


Рис. 2. Спектр ¹³C сполуки 1, знятий в умовах розв'язки ССВ з протонами (розчинник – ДМСО-D₆).

ПРИКЛАД 1 (DEPT)

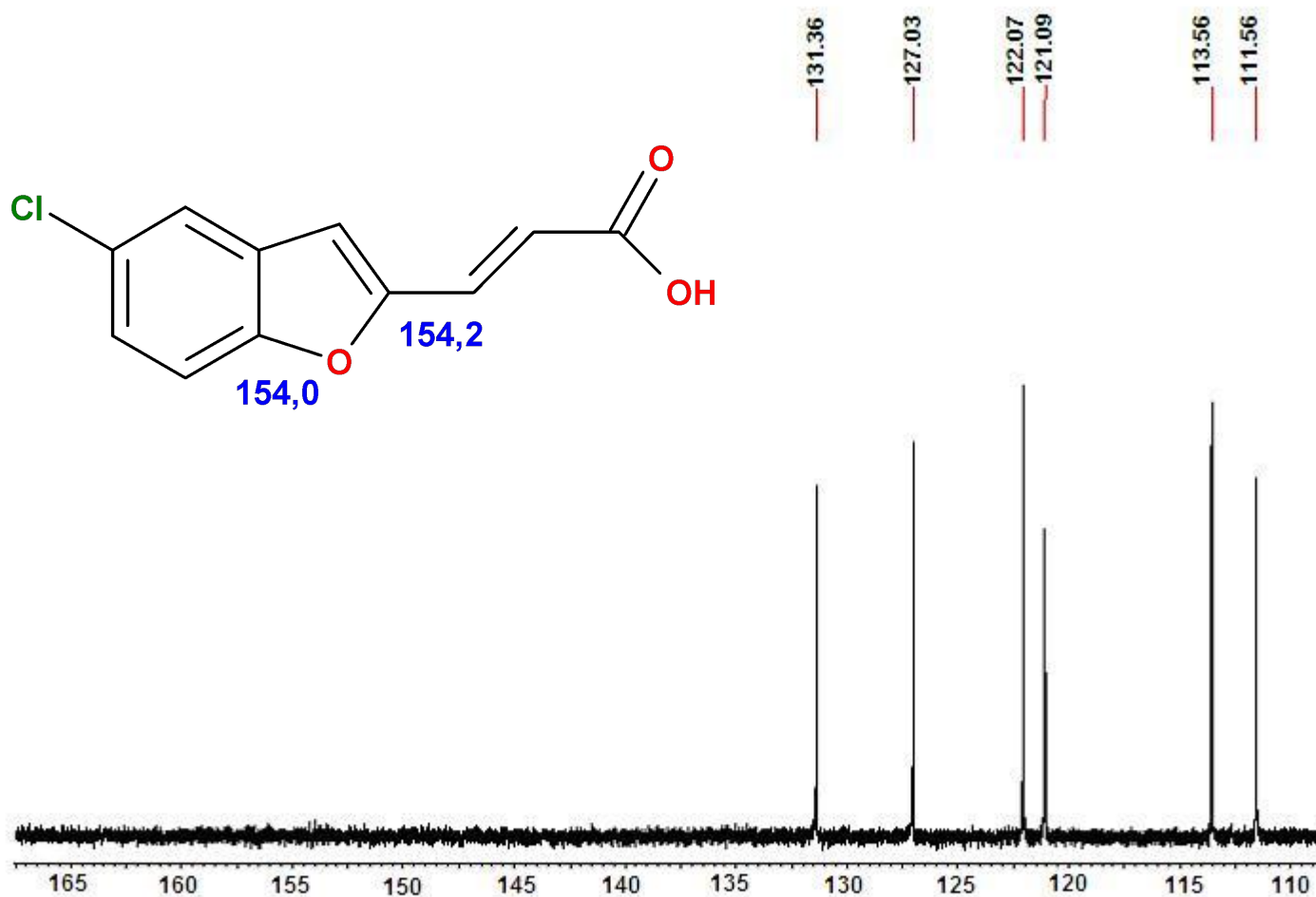
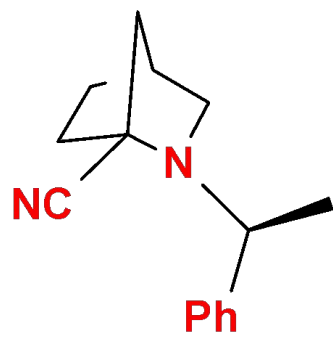
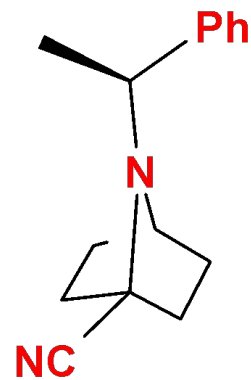


Рис. 3. Спектр DEPT сполуки 1 (розчинник – ДМСО- D_6). Показано лише фрагмент спектру, що містить сигнали ароматичних атомів вуглецю. |

ПРИКЛАД 2
(^1H -, ^{13}C -ЯМР, DEPT)

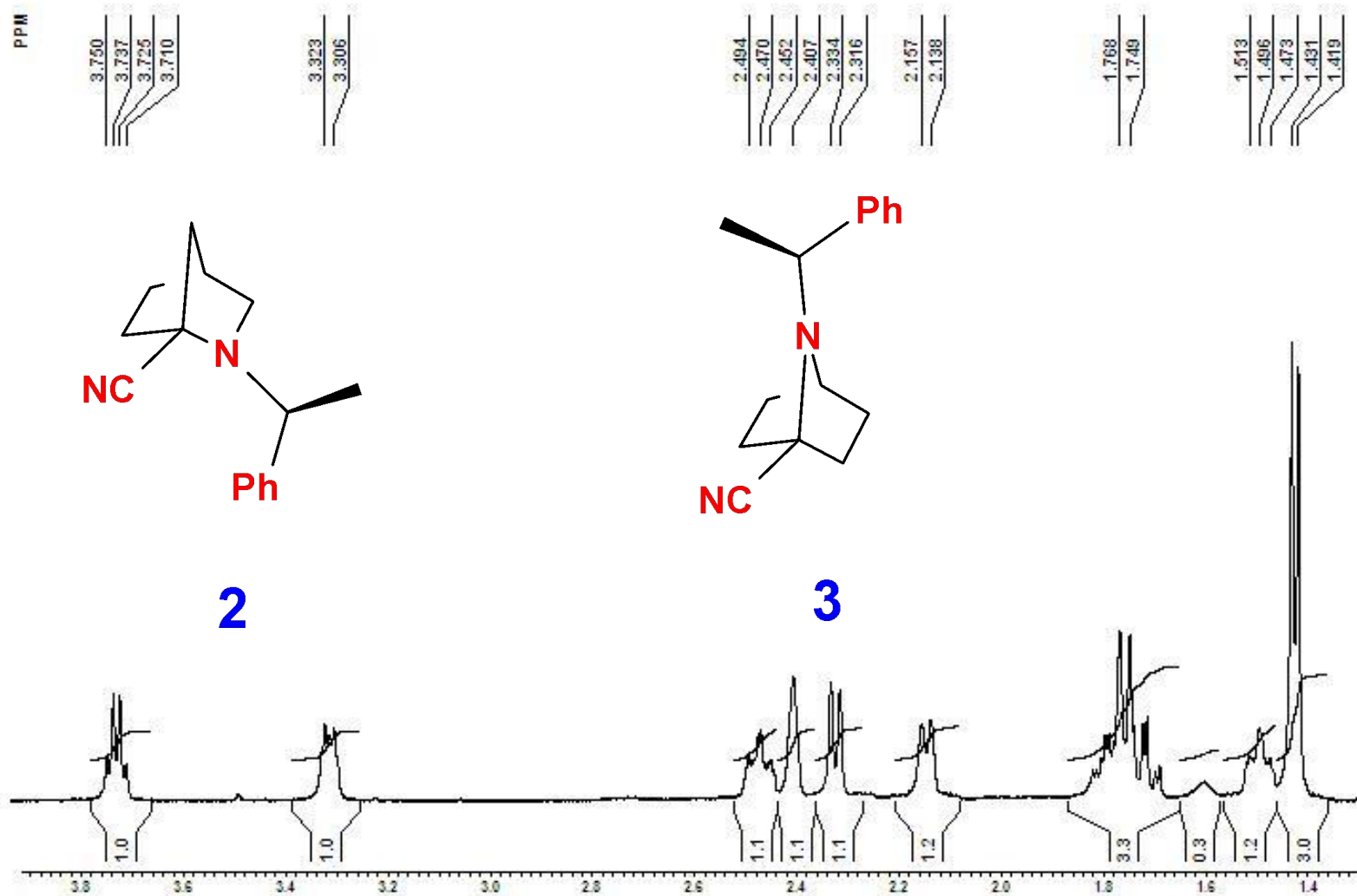


2

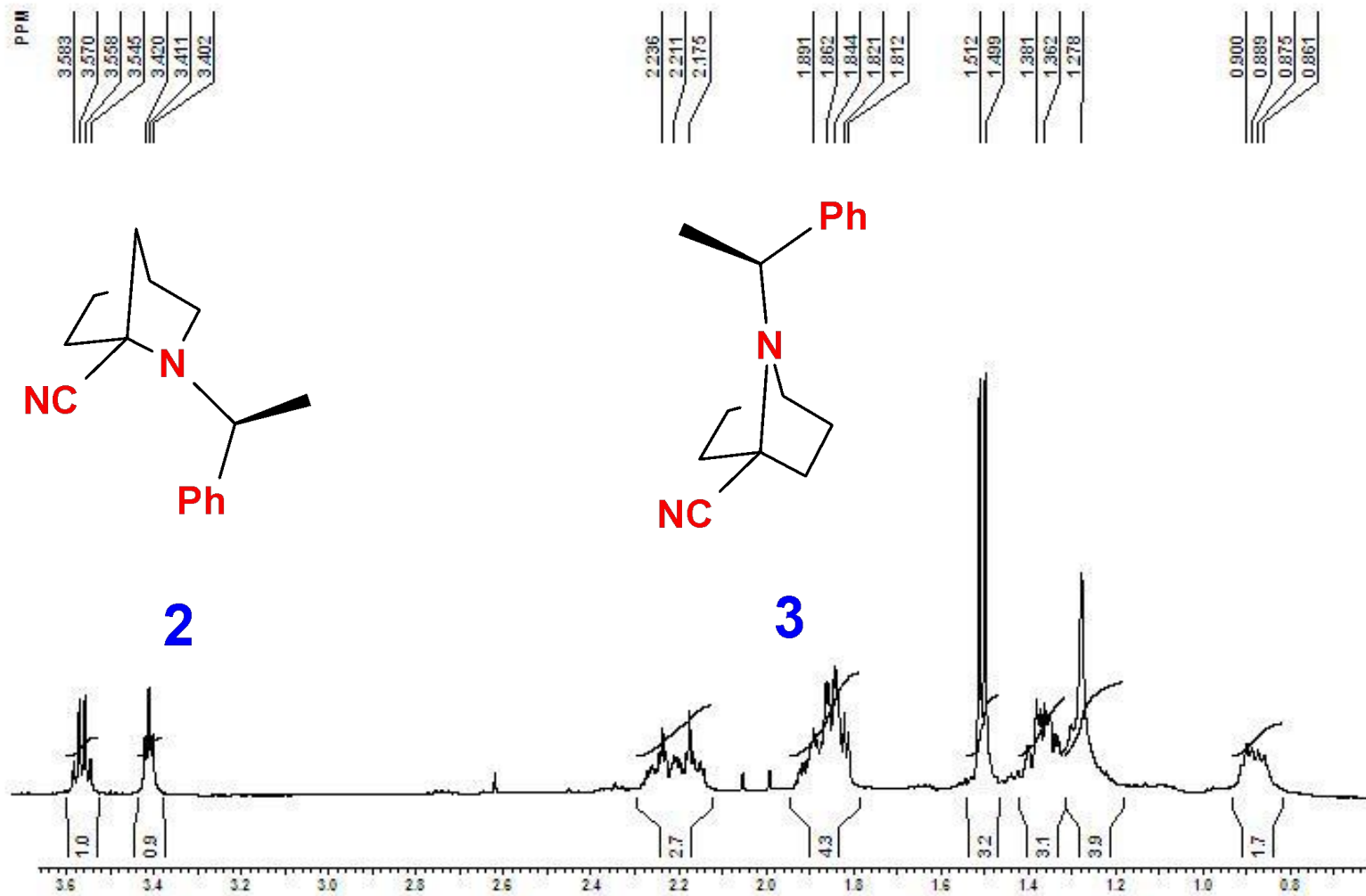


3

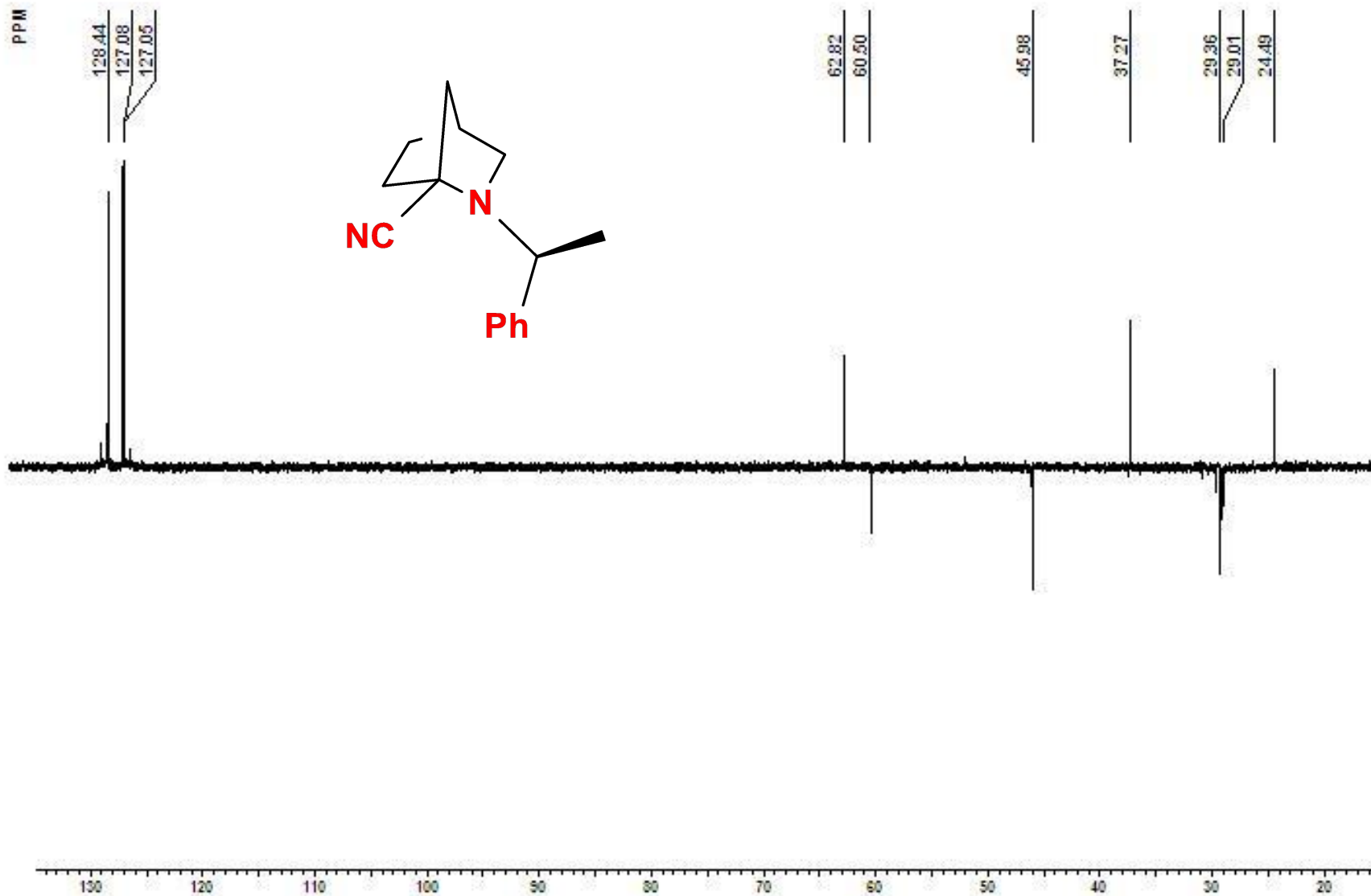
ПРИКЛАД 2 (¹H-ЯМР сполуки 2)



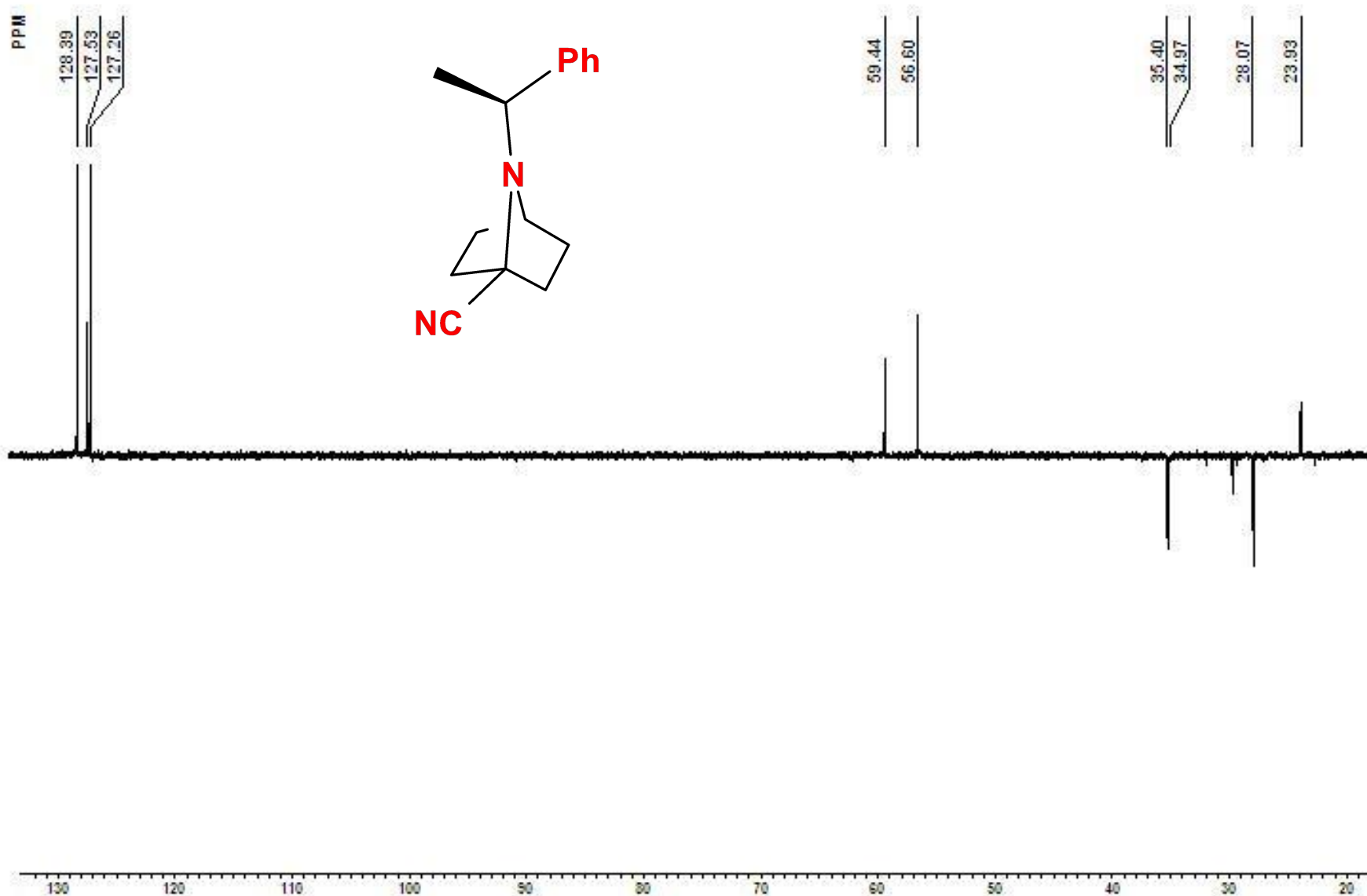
ПРИКЛАД 2 (¹H-ЯМР сполуки 3)



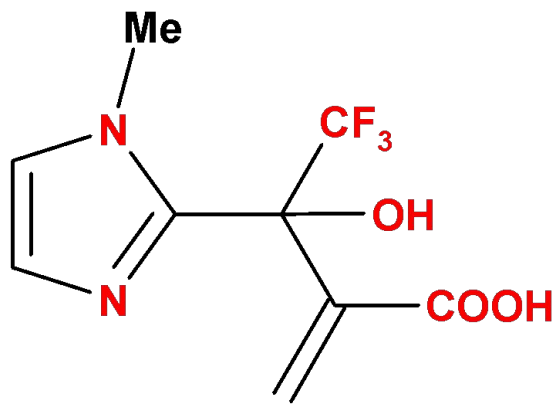
ПРИКЛАД 2 (DEPT сполуки 2)



ПРИКЛАД 2 (DEPT сполуки 3)

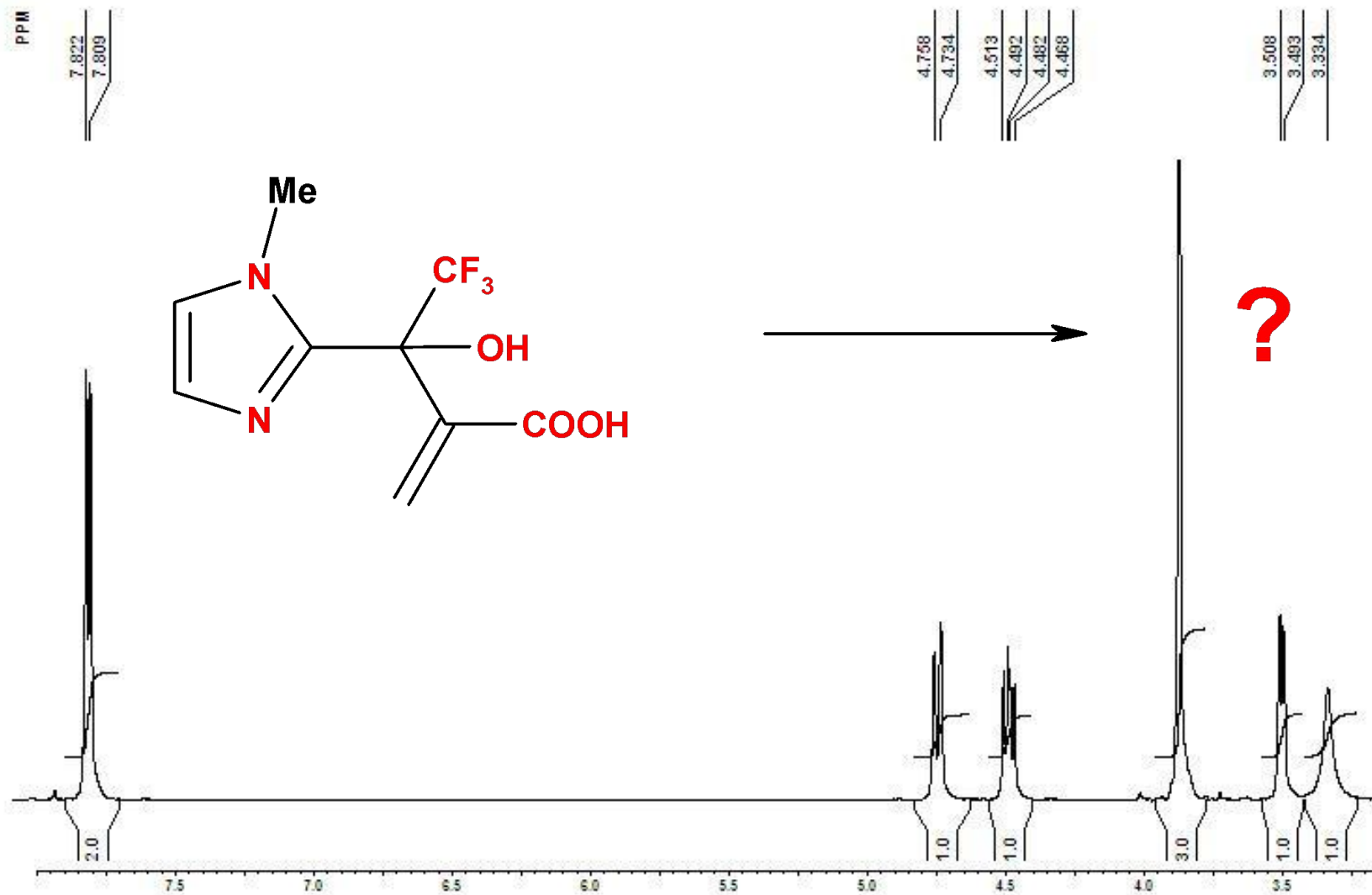


ПРИКЛАД 3
(^1H -, ^{13}C -ЯМР, DEPT, HSQC, HMBC, NOESY)



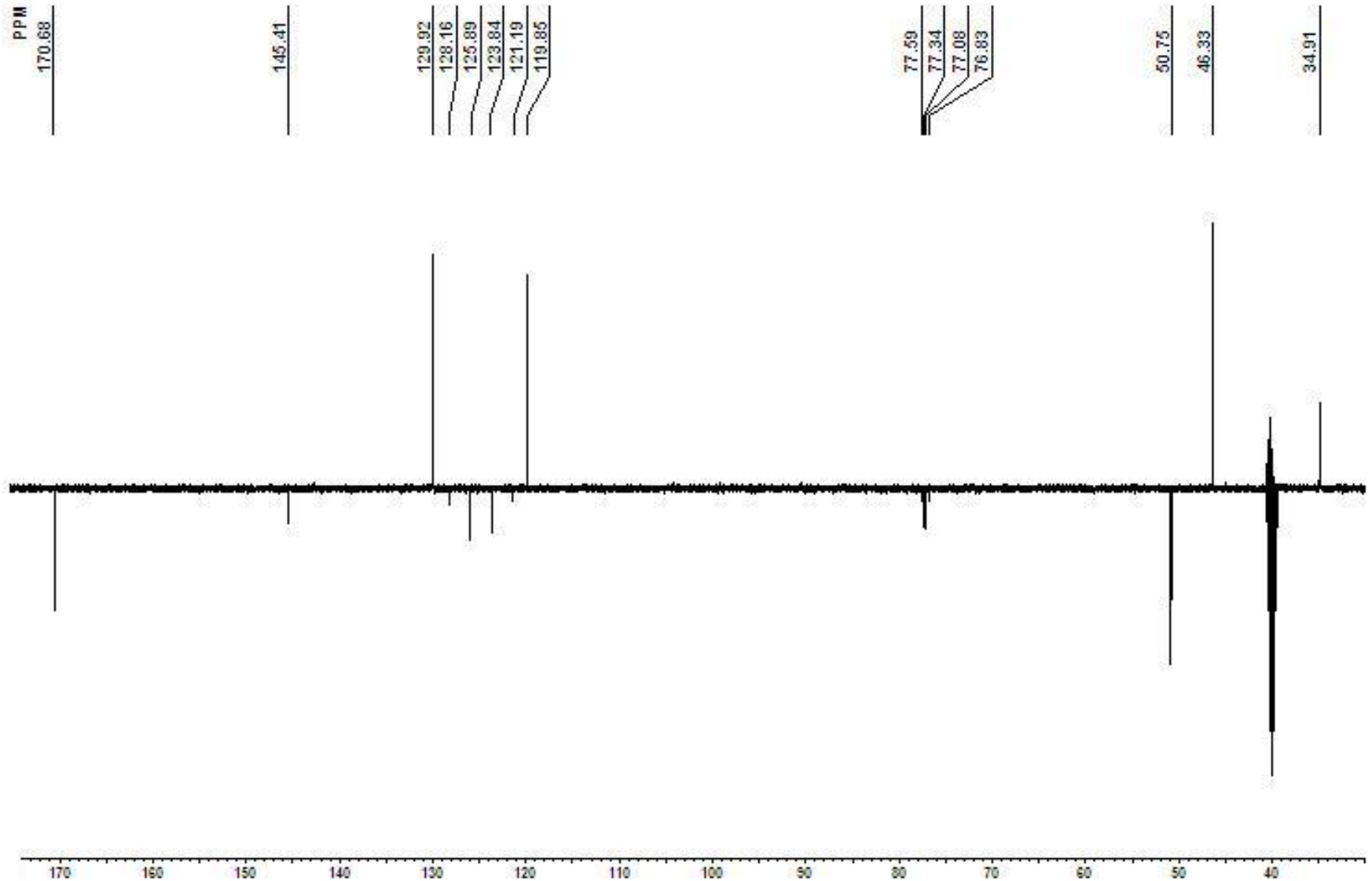
?

ПРИКЛАД 3 (¹H-ЯМР спектр невідомої сполуки)

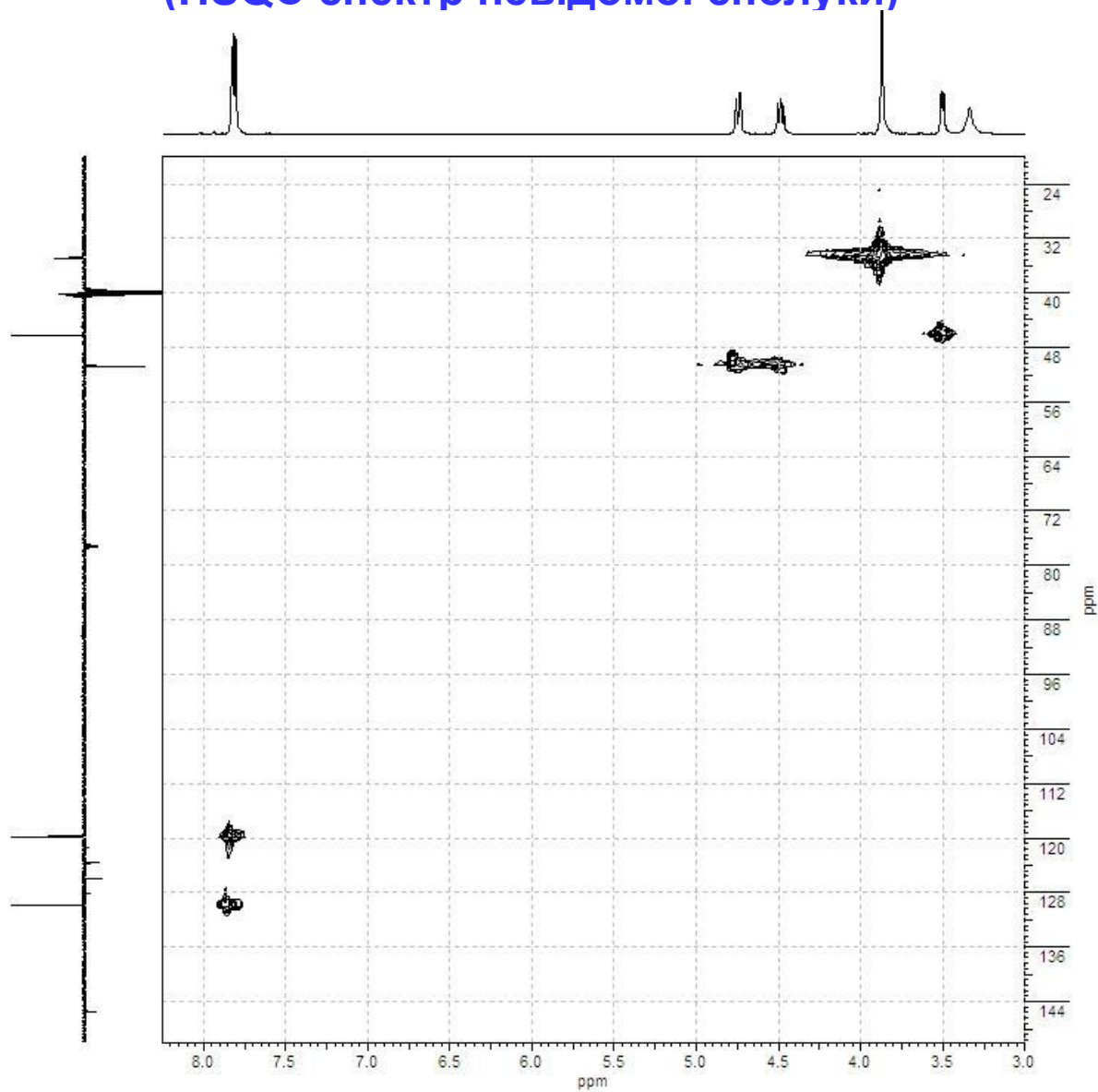


ПРИКЛАД 3

(^{13}C -ЯМР ІНЕРТ спектр невідомої сполуки)



ПРИКЛАД 3 (HSQC спектр невідомої сполуки)



ПРИКЛАД 3 (NOESY спектр невідомої сполуки)

