

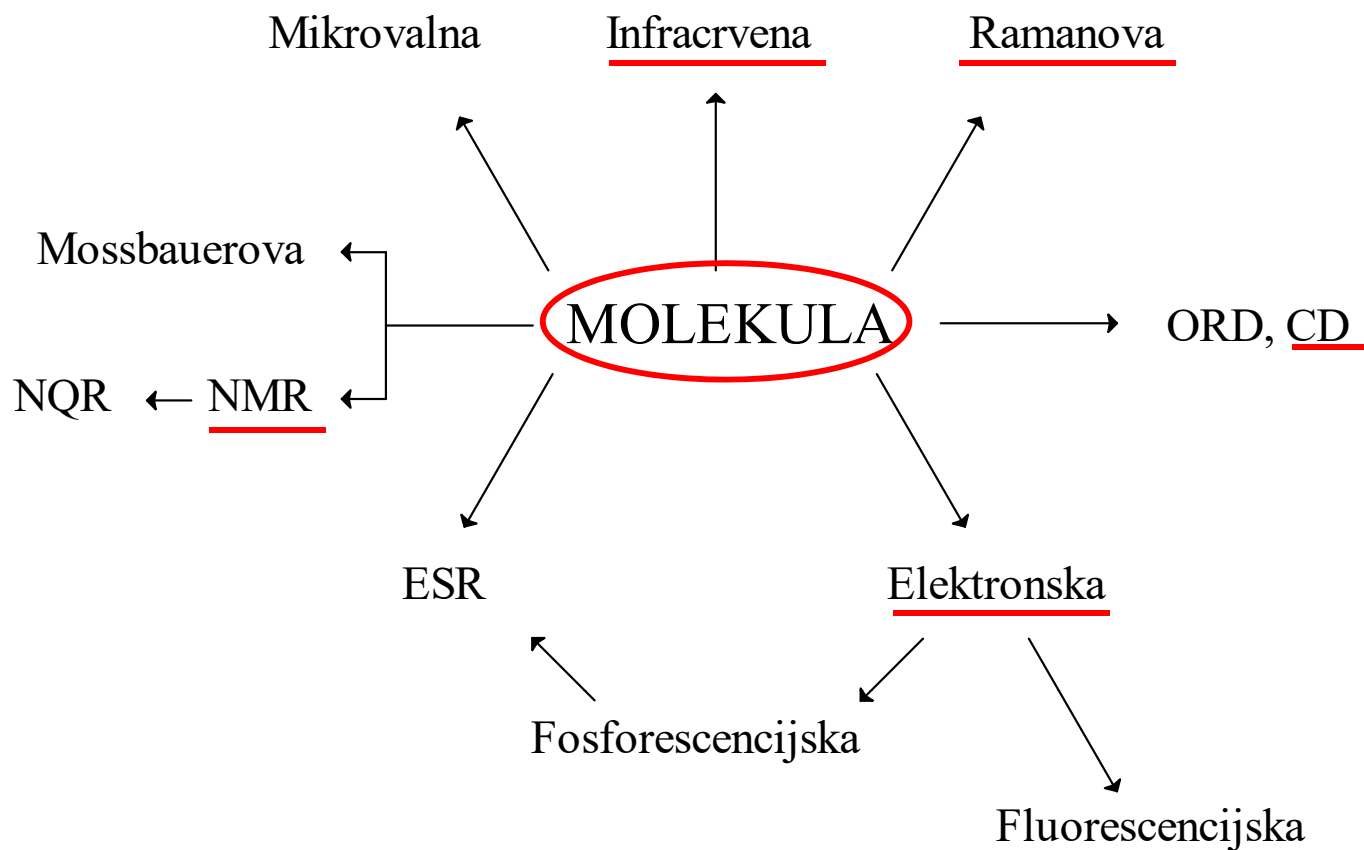
SPEKTROSKOPSKA STRUKTURNA ANALIZA

Prof. dr. sc. Predrag Novak

Doc.dr.sc. Tomislav Jednačak

LITERATURA

- P. Novak, T. Jednačak, Strukturalna analiza spojeva spektroskopskim metodama, TIVA, Varaždin, 2013.
- J. B. Lambert, S. Gronert, H.F. Shurvell, D.A. Lightner, Organic Structural Spectroscopy, Pearson, Amsterdam, 2011.
- R. M. Silverstein, F. X. Webster, D. J. Kiemle "Spectrometric Identification of Organic Compounds", John Wiley & Sons, New York, 2005.
- E. Pretch, P. Bühlmann i C. Affolter, "Structure Determination of Organic Compounds-Tables of spectral data", Springer, Berlin, 2000.
- M. Hesse, H. Meier i B. Zeeh, "Spektroskopische Methoden in der Organischen Chemie", Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1987.
- T. D. W. Claridge, "High Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry", Pergamon, Amsterdam, 2009.
- H. Friebolin, "Basic One- and Two-Dimensional NMR Spectroscopy, Wiley-VCH, Weinheim", 2005.
- E. de Hoffman, V. Stroobant, "Mass Spectrometry-Principles and Applications, Wiley, Chichester, 2003.



Oznake :

NMR - nuklearna magnetna rezonancija

NQR - nuklearna kvadrupolna rezonancija

ESR - elektronska spinska rezonancija

ORD - optička rotorska disperzija

CD - cirkularni dikroizam

μ - električni dipolni moment

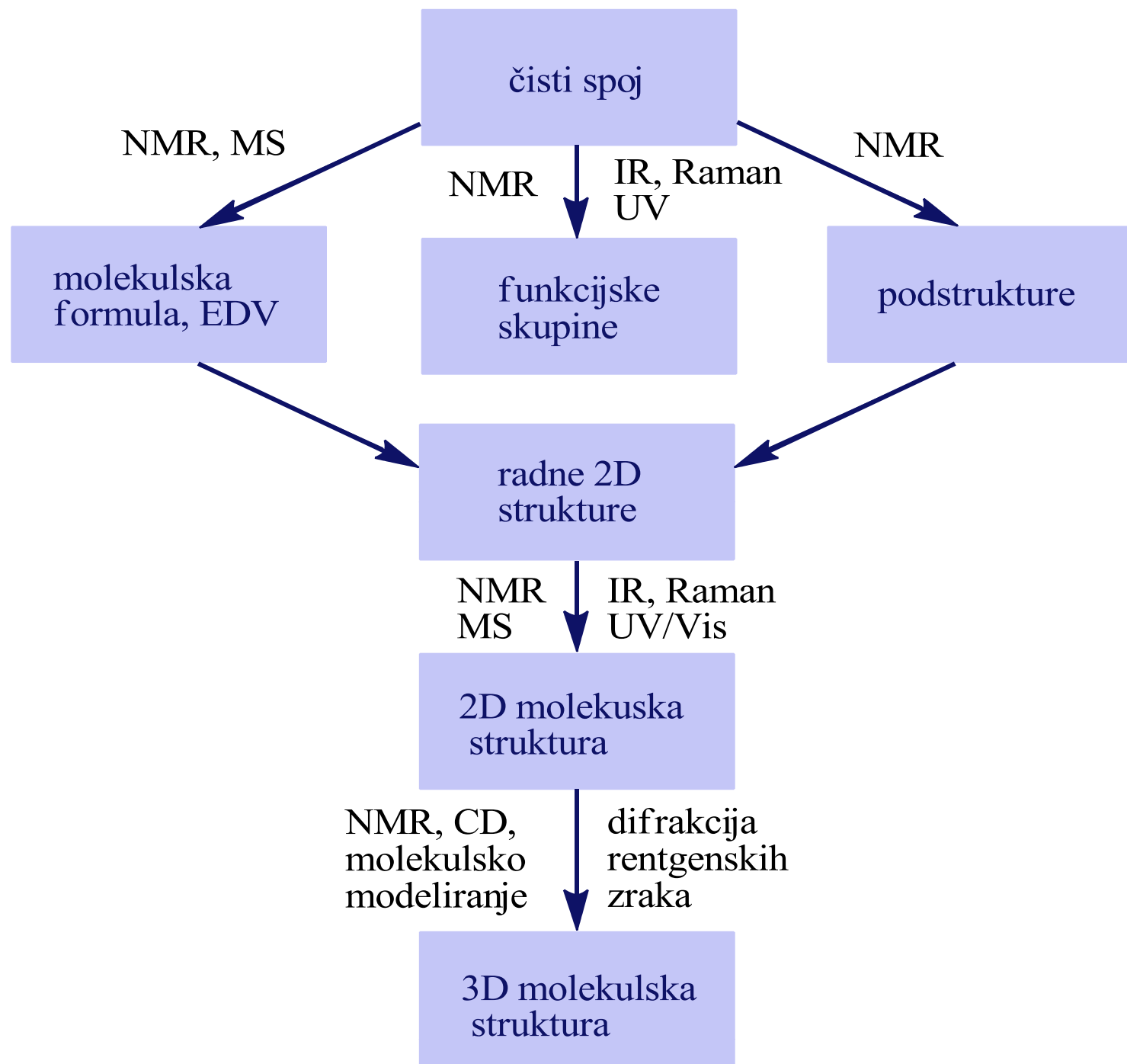
α - polarizabilnost

I - kvantni broj spina

S - elektronski kvantni broj

SPEKTAR ELEKTROMAGNETNOG ZRAČENJA

	10^5	10^3		10^1	10^{-1}	10^{-3}	10^{-5}	10^{-7}	E/kJmol^{-1}
γ -zrake	rentgenske zrake	ultraljubičasto zračenje	vidljiva svjetlost	infracrveno zračenje	mikrovalovi	radiovalovi			
nuklearni prijelazi	prijelazi unutarnjih elektrona	prijelazi vanjskih elektrona		vibracije	rotacije	prijelazi među spinskim stanjima			
	10^{-8}	10^{-6}		10^{-4}	10^{-2}	1	10^2	10^4	λ/cm
	10^{16}	10^{14}		10^{12}	10^{10}	10^8	10^6	10^4	ν/Hz



Karakteristike važnijih spektroskopskih metoda

	^1H	^{13}C	<i>MS</i>	<i>IR/RAMAN</i>	<i>UV-VIS</i>	<i>CD</i>	<i>X-RAY</i>
Tip zračenja	rf	rf	nije bitno	IR	UV-vidljivo	UV-vidljivo	X zrake
Spektralna skala	0-15 ppm	0-220 ppm	50-4000 Da	400-4000 cm^{-1}	200-800 nm	185-600 nm	nije bitno
Količina uzorka	1mg	5mg	< 1mg	< 1mg	< 1mg	< 1mg	kristal
Molekulska formula	djelomično	djelomično	da	ne	ne	ne	da
Funkcionalne skupine	da	da	ograničeno	da	vrlo ograničeno	vrlo ograničeno	da
Podstrukture	da	ograničeno	da	ograničeno	ograničeno	ne	da
Ugljikov lanac	da	da	ne	ne	ne	ne	da
Regiokemija	da	da	ne	ograničeno	ne	ne	da
Stereokemija	da	da	ne	ograničeno	ne	ne	da
Analiza Smjese izomera	da	da	da	da	ne	ne	ne
Čistoća	da	da	da	da	ograničeno	ograničeno	ograničeno
Što se mjeri	pomaci sprege relaksacija površina	pomaci sprege relaksacija	mono ili više nabijeni ioni	vibracijski prijelazi	elektronski prijelazi	eliptičnost	relativni položaji atoma
jedinice	δ/ppm	δ/ppm	m/z	cm^{-1}	nm	nm	-
Vremenska skala (s)	10^{-1} - 10^{-9}	10^{-1} - 10^{-9}		10^{-13}	10^{-13} - 10^{-14}	10^{-13} - 10^{-14}	10^{-18}

Vremenska skala za neke strukturne tehnike

Tehnika	Vremenska skala (s)
Elektronska difrakcija	10^{-20}
Neutronska difrakcija	10^{-18}
Difrakcija X-zraka	10^{-18}
UV spektroskopija	10^{-15}
Spektroskopija u vidljivom području	10^{-14}
IR i Ramanova spektroskopija	10^{-13}
EPR spektroskopija	$10^{-4} - 10^{-8}$
NMR spektroskopija	$10^{-1} - 10^{-9}$
NQR spektroskopija	$10^{-1} - 10^{-8}$
Eksp. odvajanje izomera	$>10^{-2}$

STUPANJ NEZASIĆENOSTI ILI BROJ EKVIVALENATA DVOSTRUKE VEZE

Zasićeni ugljikovodik	C_nH_{2n+2}
z dvostrukih veza	izostanak 2z vodika
trostruka veza	2 ekvivalenta dvostruke veze
halogeni (F,Cl,Br,I)	ekvivalenti 1 vodiku
Si, Ge, Sn, Pb	ekvivalenti ugljiku
Ciklička struktura	1 ekvivalent dvostruke veze

• **$F (IDV) = (2n + 2 + m) - X / 2$**

n- broj ugljikovih atoma i njegovih ekvivalenata

m – broj dušikovih atoma i ekvivalenata

x – broj vodikovih atoma i ekvivalenata

Opći slučaj (najčešći): C, H, N, O, S, Hal

Procjena stupnja nezasićenosti:

1) izostavi O i S

2) zamjeni halogen vodikom

3) zamjeni dušik skupinom CH

4) usporedi hipotetski ugljikovodik C_nH_x sa sastavom zasićenog ugljikovodika C_nH_{2n+2}

$F = (2n + 2) - x / 2$ uz uvjet da je S dvovalentan, N trovalentan