Лабораторна робота 2-3:

**Ідентифікація фізіологічно активних речовин**

**Мета:** поглибити, розширити і закріпити знання основних методівідентифікації фізіологічно активних речовин, освоїти навички розробки алгоритму та визначення температури плавлення сполук із застосуванням сучасного обладнання, практичне застосування хроматографічних і спектроскопічних методів.

*Контрольні запитання:*

1. Принцип визначення температури плавлення, практичне використання показника.
2. Хроматографічні методи у визначені якісного складу суміші речовин. Оцінка хроматографічної поведінки речовини в певних умовах.
3. Характеристика інфрачервоної спектроскопії, практичне використання методу. Алгоритм проведення ІЧ-спектроскопії. Інтерпретація ІЧ-спектрів.
4. Характеристика мас-спектрометрії, розшифровка мас-спектрів, ідентифікація сполук за їх ПМР-спектрами.

*Завдання 1.* ***Визначення температури плавлення з використанням нового обладнання***

1. Ознайомлення з будовою та технічними характеристиками пристрою за допомогою інструкції заводу-виробника.
2. Розробка алгоритму дії по визначенню температури плавлення за планом:

* назва методики;
* галузь застосування;
* характеристика діапазону та похибки вимірювань

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Діапазон вимірювань | Межа відносної похибки |  |
|  |  |  |

* засоби вимірювальної техніки, допоміжне обладнання, реактиви та матеріали;
* метод визначення;
* вимоги техніки безпеки;
* вимоги до кваліфікації виконавця;
* умови виконання вимірювань;
* хід визначення;
* обробка та оформлення результатів вимірювання;
* посилання на нормативні документи.

1. Визначення температури плавлення синтезованих фізіологічно активних речовин відповідно алгоритму.
2. Аналіз отриманих результатів. Висновки.

*Завдання 2.* Визначення якісного складу суміші амінокислот методом розподільної хроматографії на папері

1. За методикою визначення якісного складу суміші речовин за допомогою паперової хроматографії провести розділення суміші амінокислот хроматографією на папері.

2. Розрахувати Rf кожної плями і визначити склад контрольної суміші амінокислот.

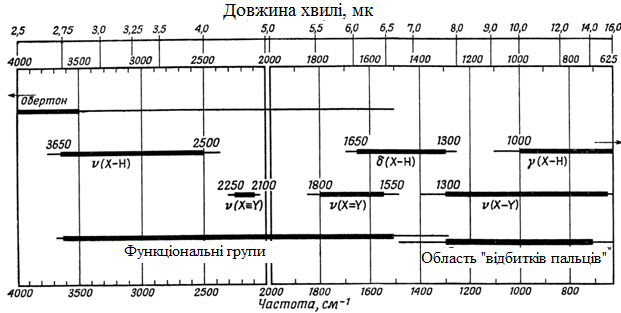
3. Визначити наявність наведених ФАР, які містяться в аналізованій суміші, якщо за даними її хроматограми.

*Завдання 3.* Визначення будови синтезованих ФАР методом ІЧ-спектроскопії

1. Проаналізувати відповідність ІЧ- спектру структурі наданої сполуки.

2. За наведеним спектром визначте структури сполук.

*Ділянка основних коливань в ІЧ-спектрі:* ***v*** *– валентні,****δ*** *– деформаційні (площинні),* ***γ*** *– деформаційні (позаплощинні) коливання;   
X і Y позначають C і N (або O) відповідно. Ділянки поглинання найбільш важливих коливань показано жирними лініями. Тонкі лінії вказують ділянки,   
де поглинання, що відповідає даному коливанню, трапляється рідко*



*Характеристичні частоти поглинання*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| ***Функціональна група*** | ***Клас сполуки*** | ***ν, см*** | ***Інтенсивність*** |
|  | Алкани | 2850-2960  600-1500 | сильна  слабка |
|  | Алкени | 1620-1680 | змінна |
|  | Алкіни | 2100-2260 | змінна |
|  | Оксирани,  ефіри,  спирти | 2000-1300 | сильна |
|  | Альдегіди, кислоти | 1705-1740  1700-1750 | сильна  сильна |
|  | Спирти,  феноли,  кислоти | 3590-3650  асоційовані  3200-3400  3500-3000  асоційовані | змінна  вузька  сильна  широка  змінна  широка |
|  | Аміни | 3400-350 | сильна,  подвійний пік |
|  | Аміди,  N-заміщені аміди, вторинні | 3300-3400  3280-3500 | сильна,  одинарний пік |
|  | Алкілхлориди Алкілброміди | 550-850  500 | середня  середня |
|  | Меркаптани | 650-750 |  |
|  | Меркапто | 2550+50 |  |

*Завдання 4.* Визначення будови синтезованих ФАР методом методу мас-спектрометрії

1. Проаналізувати основні етапи та параметри при розшифровці мас-спектрів та хромато-мас-спектрів.
2. За спектрами ПМР ідентифікувати сполуки.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| ***Вид протону*** | ***Хімічний зсув, м.ч.*** | ***Вид протону*** | ***Хімічний зсув, м.ч.*** |
| H – C – R | 0,9-1,8 | H – C – NR | 2,2-2,9 |
| H – C – C = C | 1,6-2,6 | H – C – Cl | 3,1-4,1 |
|  | 2,1-2,5 | H – C – Br | 2,7-4,1 |
| H – C ≡ C – | 2,5 | H – C – O | 3,3-3,7 |
| H – C – Ar | 2,3-28 | H – NR | 1-3\* |
| H – C = C – | 4,5-6,5 | H – OR | 0,5-5\* |
| H – Ar | 6,5-8,5 | H – C – Cl | 6-8\* |
|  | 9-10 |  | 10-13\* |

\* Хімічні зсуви протонів, з'єднаних з азотом і киснем, залежать від температури та концентрації розчину.

Оформити висновки.