

12. Előadás

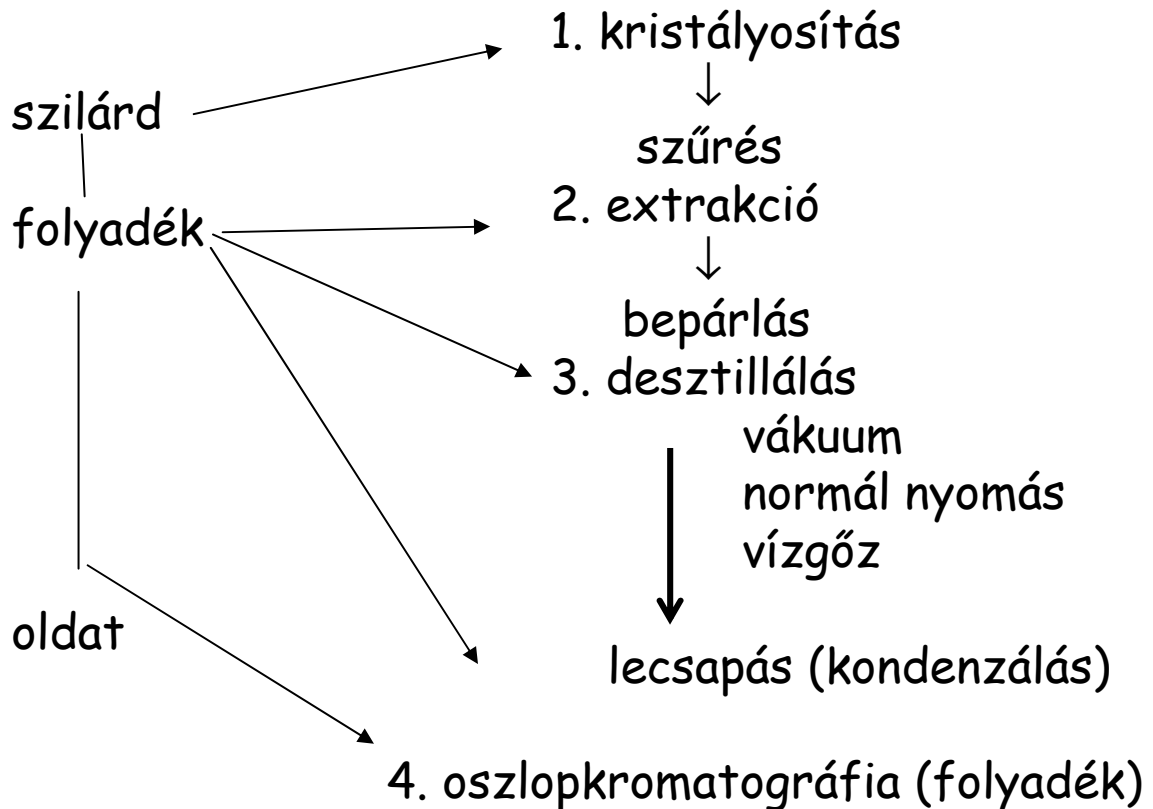
Izolálás, tisztaság, szerkezetvizsgálat

Szénvegyületek szerkezetvizsgálata

- I. Izolálás, tisztítás, homogenitás
- II. Szerkezet meghatározás („analitikus”)
- III. Szerkezetbizonyító szintézis („szintetikus”)

I. Izolálás, tisztítás, homogenitás

Klasszikus módszerek:



Példák: 1 g B₂ vitamin

0,38 g biotin

4500 L tejsavó (Kuhn, 1923)

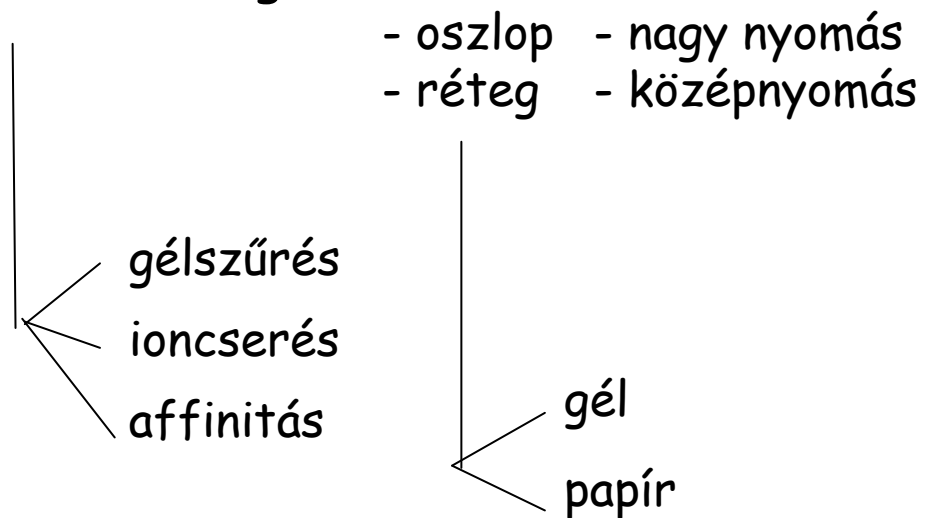
2800 kg szárított tojássárgája
(König, 1943)

0,015 g androszteron 15000 L vizelet

(Butenandt, 1931)

Modern módszerek:

- dialízis
- ultracentrifugálás
- mikrodesztilláció
- folyadék-kromatográfia



- gáz-kromatográfia
 - elektroforézis - gél
- papír
-
- ```
graph TD; K[elektroforézis] --- L[méret]; K --- M[töltés]; K --- N[affinitás];
```

dialízis      - molekulatömeg  
                  - időtartam  
                  - molekulaméret - „csere”  
                  - molekulatöltés - oldószer

UC              - méret                      - hőmérséklet

gélszűrés/GPC                                      - méret különbség  
(alak!)

- detektálási módszer (cpm, UV stb.)
- eluens (oldékonyság, stabilitás)
- molekulaméret - standardek

HPLC

elektroforézis

- detektálási módszerek

} egy/két  
dimenzió

Kimutatás:

- festés,
- cpm,
- UV,
- fluoreszcencia

Funkcionális:

- enzimaktivitás,
- immunoreaktivitás

## Tisztaságvizsgálat

színreakciók

HPLC

olvadáspont, forráspont

GC

törésmutató (n)

MS

optikai forgatás ( $[\alpha]_D$ )

spektroszkópiák

vékonyréteg-kromatográfia

IR (FT-IR)

UV

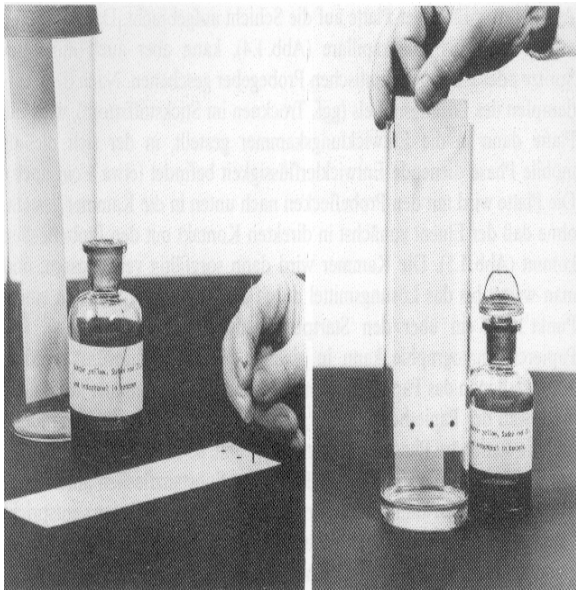
NMR

elektroforézis

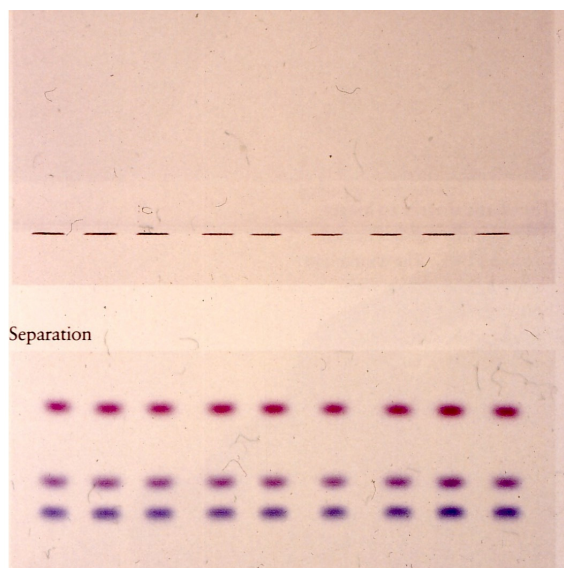
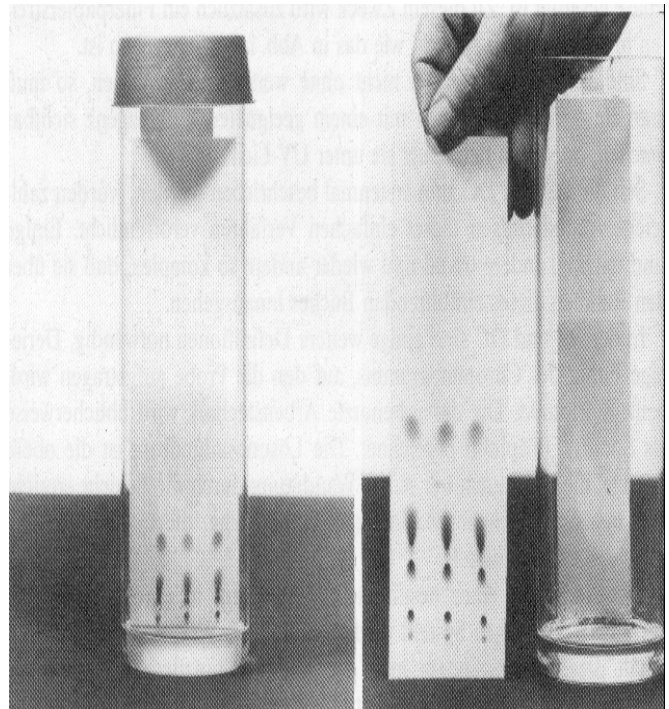
GC-MS

klasszikus

modern

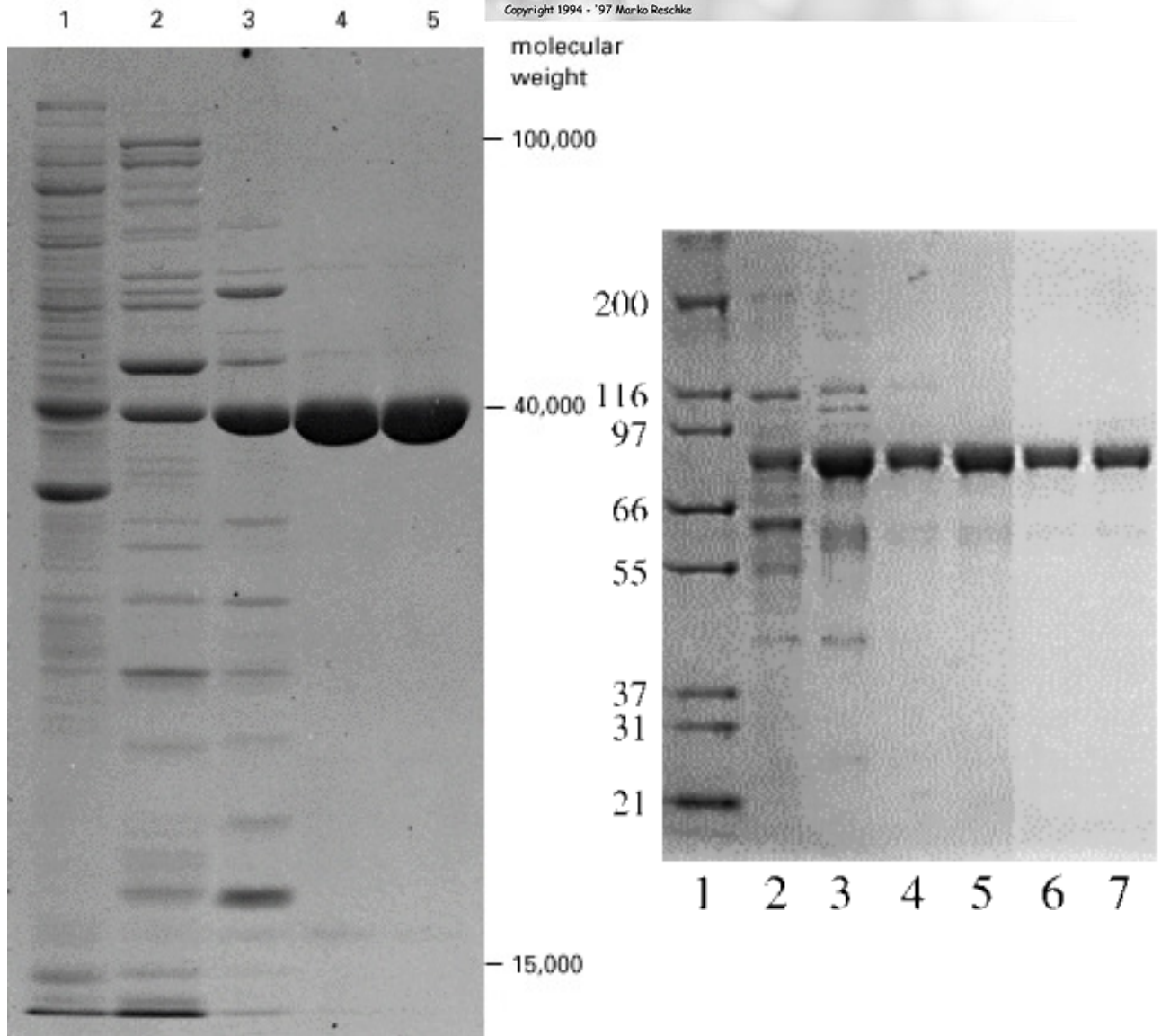
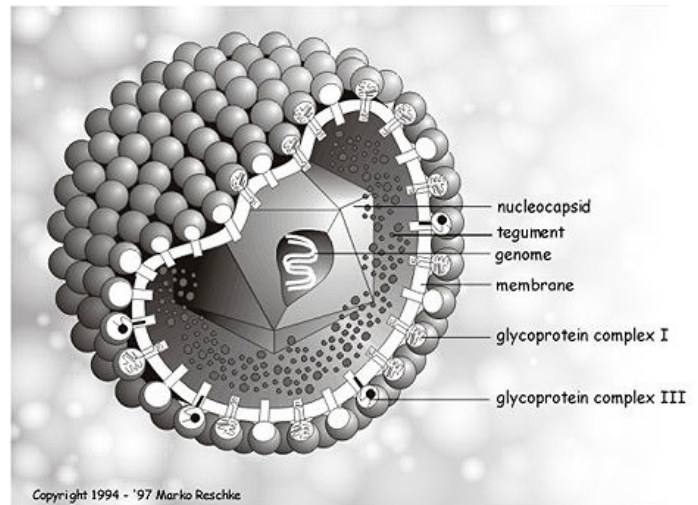


## Vékonyréteg kromatográfia



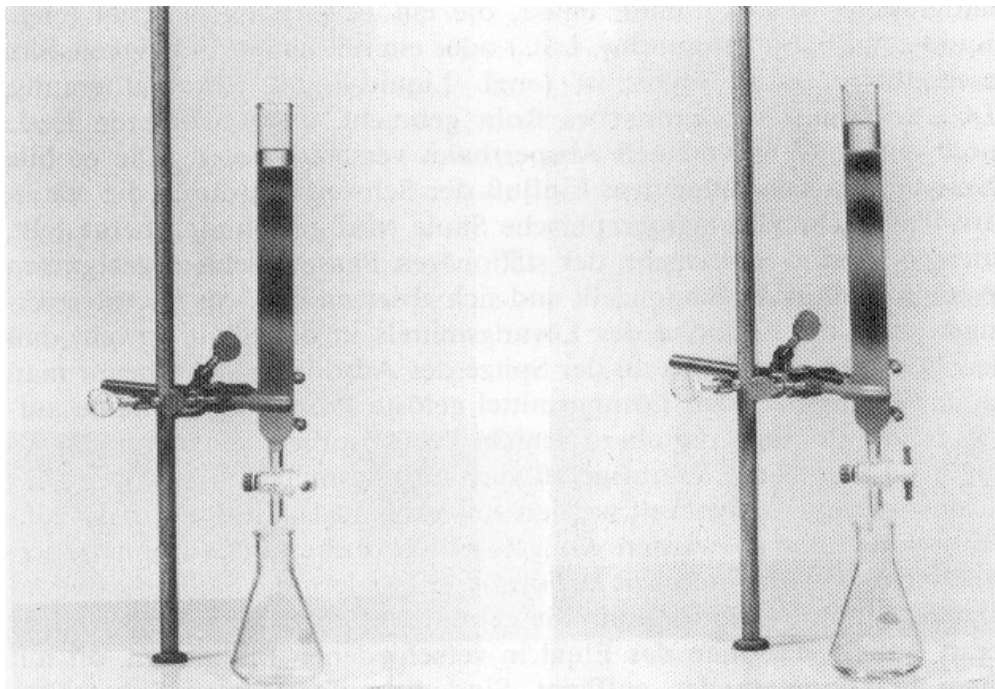
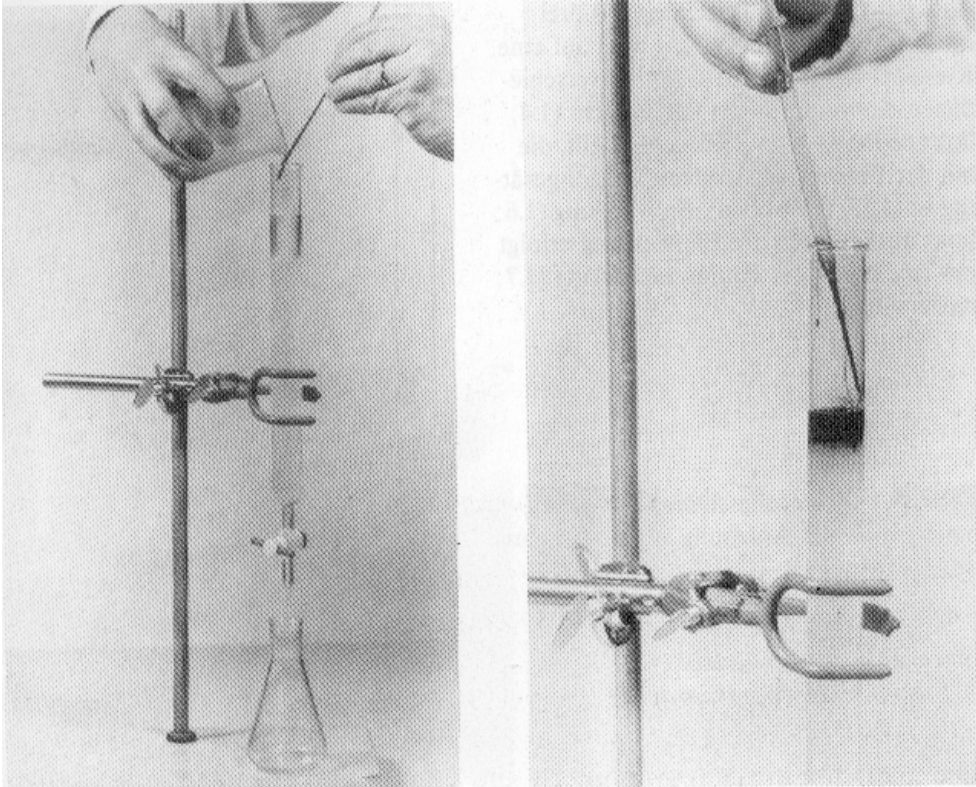
R.J.Gritter et al. Einführung in die Chromatographie,  
Springer-Verlag, Berlin, 1985

# Gél elektroforézis





# Oszlop kromatográfia



## II. Szerkezetmeghatározás

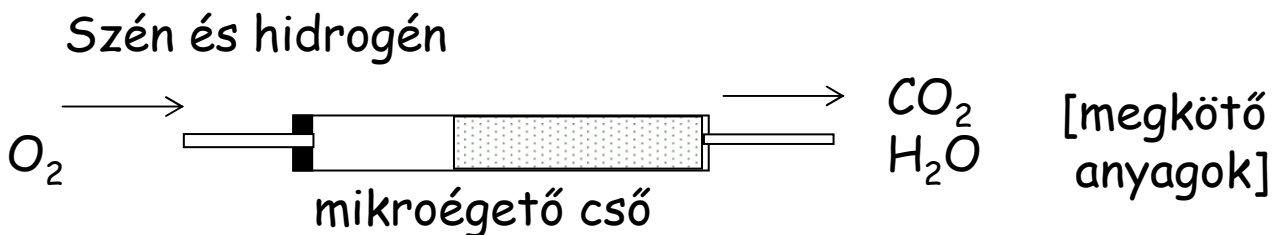
### 1. Kémiai összetétel meghatározása

#### A. Kvalitatív elemi analízis

- 200 mg minta + 50 mg Na, szervesetlen ion reakciók ( $\text{CN}^-$ ,  $\text{S}^-$ ,  $\text{X}^-$ )
- lángfestés : rézhálón halogének
- C tartalom: hevítés réz-oxiddal

#### B. Kvantitatív elemi analízis (Pregl, 1923) 3-5 mg

Pontos bemérés: mikromérleg ( $\pm 0,001$  mg)



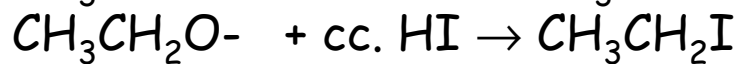
Nitrogén Dumas égető cső: kvantitatív  $\text{N}_2$   
→ azotométer

Kjeldahl kénsavas roncsolás →  $\text{NH}_4\text{HSO}_4$   
↓ lúg  
 $\text{NH}_3$

Oxigén égetés  $\text{N}_2$ -áramban  
átvezetés  $1150^\circ\text{C}$ -on, C rétegben  
 $\text{CO}_2 \rightarrow \text{CO}$   
 $\text{CO} + \text{I}_2\text{O}_5 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{I}_2$

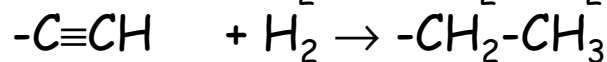
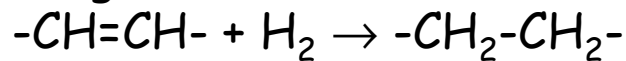
## 2. Csoportmeghatározás

Metoxi- és etoxicsoport



jódtartalom

Telítetlenség



hidrogénfogyás

Egyenértéksúly

gyenge savak, gyenge bázisok

észterek, O-Ac, N-Ac vegyületek

lúgos hidrolízise után

titrálás

## 3. Atomviszony képlet, minimális molekulatömeg

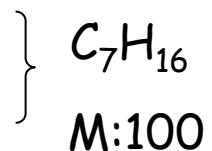
például:

C 84,0 %

$$84:12 = 7$$

H 16,0 %

$$16:1 = 16$$



C 85,7 %

$$85,7:12 = 7,15$$

H 14,3 %

$$14,3:1 = 14,3$$

