

på denne baggrund blev ekstraktet analyseret ved en for phenylendiaminer velegnet procedure. IPPD blev påvist i en mængde svarende til 0.11 %.

Ovenstående eksempel demonstrerer brugbarheden af MS/MS ved screeningsanalyser af komplekse prøver på et stade, hvor mere tidskrævende chromatografiske metoder normalt ikke er anvendelige.

Afslutning

Massespektrometri har i Danmark en udstrakt anvendelse. Skønsmæssigt er der placeret ca. 50 større instrumenter på laboratorier landet over. Disse repræsenterer en anskaffelsespris på ca. 100 mill. kr.

Tandem massespektrometri er dog på ingen måde endnu rutine. Udover Risø råder Odense Universitet og De Teknologiske Institutter over udstyr til MS/MS. De Teknologiske Institutters udstyr

(anskaffet i 1987-88) er dedikeret til MS/MS analyse.

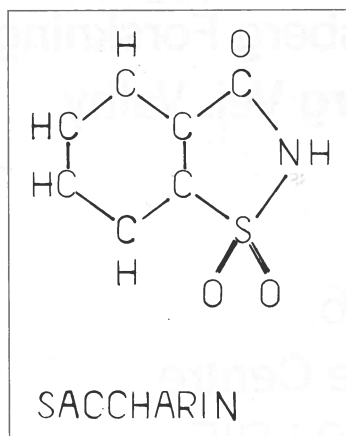
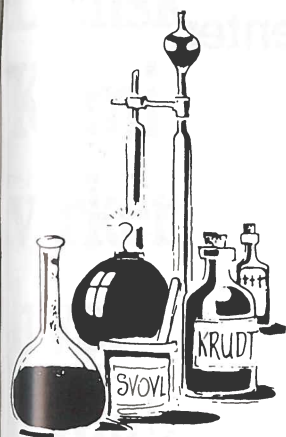
Internationalt set har anvendelsen længe været langt mere betydende, og i dag taler man allerede om MS/MS/MS... (MSⁿ). Instrumentelt hører udstyr til MSⁿ studier til i den dyre ende, idet anskaffelsesprisen afhængig af ambitionsniveau'et er 4-10 mill. kr.

På grundforskningsområdet har MS/MS teknikken i sjælden grad bidraget til kendskabet til ioniske strukturer og deres kemi, herunder også egentlige ion/molekylreaktioner. En relativ ny teknik, ved hvilken en valgt ion neutraliseres for efterfølgende at reioniseres og karakteriseres ved massespektrometri (NRMS), har åbnet mulighed for studier af næsten vilkårlige neutrale molekyler. Når (hvis) denne teknik kombineres med passende spektroskopiske metoder, har vi i massespektrometret fået et næsten universelt værktøj, der kan revolutionere studierne af små labile molekyler.

Det er her bemærkelsesværdigt, at den del af dansk grundforskning, der i dag baseres på avanceret massespektrometri, i vid udstrækning er henvist til og er afhængig af udenlandske faciliteter. I denne sammenhæng kan det nævnes, at Risø's Kemiafdeling har et nært samarbejde med Det Tekniske Universitet i Berlin på NRMS området.

Efter 10 år med tandem massespektrometri finder vi, at metoden har dokumenteret så mange muligheder, at vi i Danmark kan håbe på en videre udbygning af MS/MS faciliteterne til gavn for dansk kemisk forskning og industri.

Kemiske småforsøg



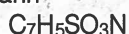
Metal komplekser af saccharin

af
Ole Bostrup

Indledning

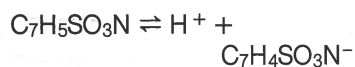
Biouorganisk kemi er svær at følge op med kemiske småforsøg.

Saccharin



kaldes også 2,3-dihydro-3-oxo-benzisotiazolin-3-(2H)-on-1,1-dioxid; eller o-benzosulfimid. – Se figur 1.

Saccharin er en svag syre (pK = 11,7). Det er hydrogenatomet på nitrogenatomet der fraspaltes, og der dannes saccharinat



Da saccharin er tungtopløseligt i vand, anvendes det oftest i form af det letopløselige natriumsaccharinat.

Saccharin smager omkring 500 gange så sødt som sucrose (almindeligt sukker), og derfor har det i mange år været anbefalet til alle os, der har tendens til at blive for tykke.

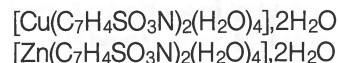
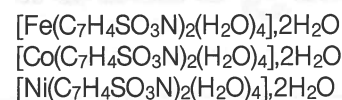
I 1957 stillede Allen og medarbejdere spørgsmålstegn ved saccharin: Er stoffet carcinogent? Problemstillingen medførte en voldsom interesse for saccharins kemi.

Haider, Malik & Ahmed fra University of Dacca, Bangladesh meddelte i 1985 den første systematiske undersøgelse af saccharin komplekser med jern(II), cobalt(II), nikkel(II), kobber(II) og zink(II).

Forsøgene er så enkle, at de kan anbefales som kemisk småforsøg.

Tetraaqua-bissaccharinato-metal(II) dihydrat

Alle 5 metalioner har koordinationsstallet 6: 4 vand molekyler og 2 saccharinat ioner, de sidste i trans stilling. De forbindelser, der fremstilles i det følgende, har alle to molekyler krystalvand pr. formelenhed. De kemiske formler bliver derfor



Fremgangsmåde

8,0 g natrium-saccharinat opløses i 500 mL vand. Opløsningen fordeles med 100 mL til hvert sit af 5 bægerglas.

Til de 5 bægerglas sættes hhv.

- 1) 0,98 g nikkel(II)-nitrat hexahydrat (0,0034 mol $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).
- 2) 0,88 g kobber(II)-sulfat pentahydrat (0,0034 mol $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- 3) 0,82 g cobalt(II)-chlorid dihydrat (0,0034 mol $\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- 4) 0,95 g jern(II)-sulfat heptahydrat (0,0034 mol $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).
- 5) 1,00 g zink(II)-nitrat hexahydrat (0,0034 mol $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Indholdet i de fem glas indampes til volumen er reduceret til 50 mL, hvorefter de fem bægerglas henstilles natten over i køleskab.

Dagen efter er der dannet smukke krystallinske bundfald der frafiltreres og lufttørres.

Litteratur:

1. S.Z. Haider, K.M.A. Malik & K.J. Ahmed. Inorg. Syn **23**(1985)47.