

FTIR-Spektroskopie

Fortgeschrittenenpraktikum

Rouven Klink & Harald Krüger

7. November 2015

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theorie	3
2.1	Das elektromagnetische Spektrum	3
2.2	Fouriertransformations-Infrarot Spektroskopie	3
2.3	Bestimmung der Stoffzusammensetzung von festen Proben	4
3	Durchführung	7
4	Auswertung	8
4.1	FT-IR-Spektren von Stickstoff und Methan	8
4.2	FT-IR-Spektrum von PVC und einer unbekannten Folie	9
4.3	FT-IR-Spektren der unbekannten Pulver	12
4.4	Bestimmung der Küvettendicke und FT-IR-Spektren der Öle	14
5	Fehlerbetrachtung	16
6	Quellen	17

1 Einleitung

Infrarot-Spektroskopie ist heute eine weit verbreitete Methode um detaillierte Einblicke in die Zusammensetzung von Stoffen zu erhalten. Basierend auf der Absorption elektromagnetischer Strahlung aus einer Lichtquelle, können Moleküle beispielsweise zu Schwingungen oder Rotation angeregt werden. Um dies zu erreichen, ist das Licht aus dem infraroten Bereich nötig, dass der Methode ihren Namen verleiht. In diesem Versuch sollen die Grundlagen im Umgang mit einem IR-Spektrometer und die richtige Verwendung der verschiedenen Probeneinheiten erlernt werden. Weiterführend soll mit der Analyse der erhaltenen Spektren in Zusammenarbeit mit einer digitalen Stoffdatenbank die Probenzusammensetzung bestimmt werden.

2 Theorie

2.1 Das elektromagnetische Spektrum

Grundlage für diesen Versuch bildet das elektromagnetische Spektrum, welches von sehr energiereicher Strahlung (kosmische Strahlung, Gammastrahlung) bis hin zu sehr langwelliger Strahlung reicht (Radiowellen). Eine besondere Bedeutung im Sinne dieses Versuches kommt dabei der Strahlung im infraroten Bereich zu. Die Energie dieser Strahlung reicht aus, um Molekülschwingungen bzw. Rotationbanden im Molekül anzuregen. Die Strahlung wird dabei absorbiert und schwächt dadurch die Intensität der einfallenden Strahlung ab. Dieser Unterschied wird später gemessen. Das Infrarotspektrum lässt sich wie folgt unterteilen:

- fernes Infrarot ($12 \dots 650 \text{ cm}^{-1}$)
- mittleres Infrarot ($650 \dots 4000 \text{ cm}^{-1}$)
- nahes Infrarot ($4000 \dots 14200 \text{ cm}^{-1}$)

Neben der Einteilung des Infrarotbereichs lässt sich eine weitere Einteilung in den sog. Bereich des *Fingerprint* und den Bereich der funktionellen Gruppen machen. Erster ist im Bereich von Wellenzahlen $\tilde{\nu} < 1500 \text{ cm}^{-1}$ zu finden, während der Bereich der funktionellen Gruppen bei größeren Wellenzahlen als 1500 cm^{-1} liegt.

2.2 Fouriertransformations-Infrarot Spektroskopie

In dem vorherigen Abschnitt wurde kurz der *Fingerprint* und der Bereich der funktionellen Gruppen angesprochen. Daraus geht hervor, dass für die Detektion und Identifizierung von Molekülen nur das mittlere Infrarot von Bedeutung ist. Mit Strahlung aus diesem Bereich werden hauptsächlich Molekülschwingungen angeregt, die je nach Bindungslänge und Bindungswinkel bei unterschiedlichen Frequenzen stattfinden. Die IR-Spektroskopie ist jedoch keine Methode um sämtlich Bestandteile zu charakterisieren. Es werden nur Moleküle angeregt, deren Dipolmoment sich während eines Überganges ändert. Das Spektrum wird wie folgt erstellt:

Zunächst benötigt man ein Interferogramm aus dem das spätere Spektrum erstellt wird. Der einfachste Aufbau stellt das *Michelson*-Interferometer dar (Abb. 2). Das einfallende parallele Licht wird an einem aktiven Medium (Strahlteiler) im Idealfall in zwei Teile gleicher Intensität aufgeteilt. Ein Teil durchläuft dann eine Referenzstrecke der Länge z_1 , während der andere Teil in einen Arm

(Länge z_2) mit einem beweglichen Spiegel gelangt. Beide Strahlen werden am Spiegel reflektiert und überlagern sich je nach Gangunterschied konstruktiv ($\delta = n \cdot \lambda$) oder destruktiv ($\delta = \frac{2n+1}{2} \cdot \lambda$)¹ am Strahlteiler. Die zurückgelegte Strecke entspricht dann der doppelten Länge eines Interferometerarmes. Der Gangunterschied ist dann gegeben durch $\delta = 2 \cdot (z_1 - z_2)$. Unter Verwendung eines Wellenlängenbereiches findet diese Interferenz für jede Wellenlänge statt (siehe Abb. 1). Es gibt dann genau einen Punkt indem sich alle Wellenlängen zu maximaler Intensität überlagern. Für zunehmende Spiegelverschiebungen unterscheiden sich die Wellenlängen unterschiedlich stark in ihrer Phasendifferenz. Somit misst der Detektor für alle anderen Spiegelstellungen kleinere Intensitäten. Für die detektierte Intensität $I(\tilde{\nu})$ folgt aus Gl. 1, dass es einen konstanten Teil gibt, der keinerlei spektroskopische Informationen enthält. Aus dem alternierenden Teil erhält man das Interferogramm, welches anschließend mittels einer *Fourier*-Transformation in das frequenzabhängige Spektrum überführt werden kann.

$$I(\delta) = \frac{1}{2} \cdot I(\tilde{\nu}_0) \cdot \{1 + \cos(2\pi\tilde{\nu}\delta)\} \quad (1)$$

Man erhält das Interferogramm über einen bestimmten Wellenlängenbereich (Bandbreite **B**) indem über diesen Bereich integriert wird.

$$\begin{aligned} I(\delta) &= \int_{\mathbf{B}} D(\tilde{\nu}) \cdot \cos(2\pi\tilde{\nu}\delta) d\tilde{\nu} \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} D(\tilde{\nu}) \cdot \cos(2\pi\tilde{\nu}\delta) d\tilde{\nu} \end{aligned} \quad (2)$$

$$\text{mit } D(\tilde{\nu}) = \int_{-\infty}^{\infty} I(x) \cdot \cos(2\pi\tilde{\nu}x) dx$$

Die Fourier-Transformation ist durch das Programm automatisiert. Es muss also lediglich das Spektrum durch Verschiebung des Spiegels aufgenommen werden. Da durch die endliche Bewegung des Spiegels nicht über alle Frequenzen integriert werden kann, werden systembedingte Fehler beider Fourier-Transformation auftreten.

Dennoch wird dieses Verfahren häufig in der Praxis zur Analyse mehrkomponentiger Gasgemische verwendet. Es zeichnet sich für gewöhnlich durch eine ausgezeichnete Selektivität, einfache Kalibrierung (Rückgriff auf vorhandene Datenbanken) und eine schnelle Reaktionszeit aus. Wie oben erwähnt, besitzen die meisten Moleküle Absorptionsbanden im Wellenlängenbereich von infraroter elektromagnetischer Strahlung. Mit einem anderen Zellentyp lassen sich aber auch Feststoffe oder Flüssigkeiten auf ihre stoffliche Zusammensetzung untersuchen.

2.3 Bestimmung der Stoffzusammensetzung von festen Proben

Neben der Untersuchung von Gas- bzw. flüssigen Phasen können auch Feststoffe mittel FT-IR untersucht werden. Dazu ist allerdings ein anderer Zellentyp notwendig, der die Methode der abgeschwächten Totalreflexion (kurz: ATR) unterstützt. Dazu wird die Probe auf einem Kristall mit einem sehr hohen Brechungsindex n_1 gegeben. Über ein fokussierendes Element wird der IR-Strahl unter einem Winkel α auf die Probe fokussiert und an der Grenzschicht zwischen Probe

¹ n ist dabei eine ganze Zahl beginnend bei 0.

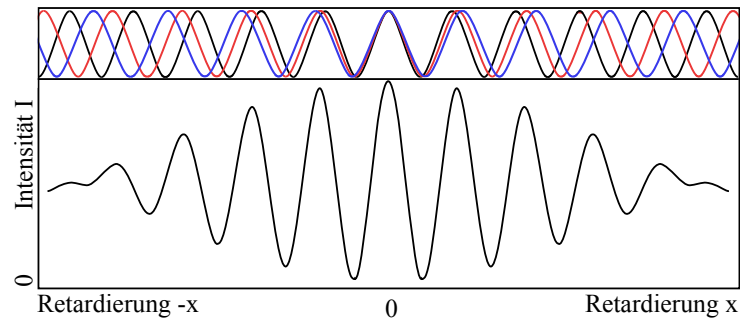


Abbildung 1: Schematische Darstellung einer polychromatischen Interferenz (nach einer Abbildung von [2])

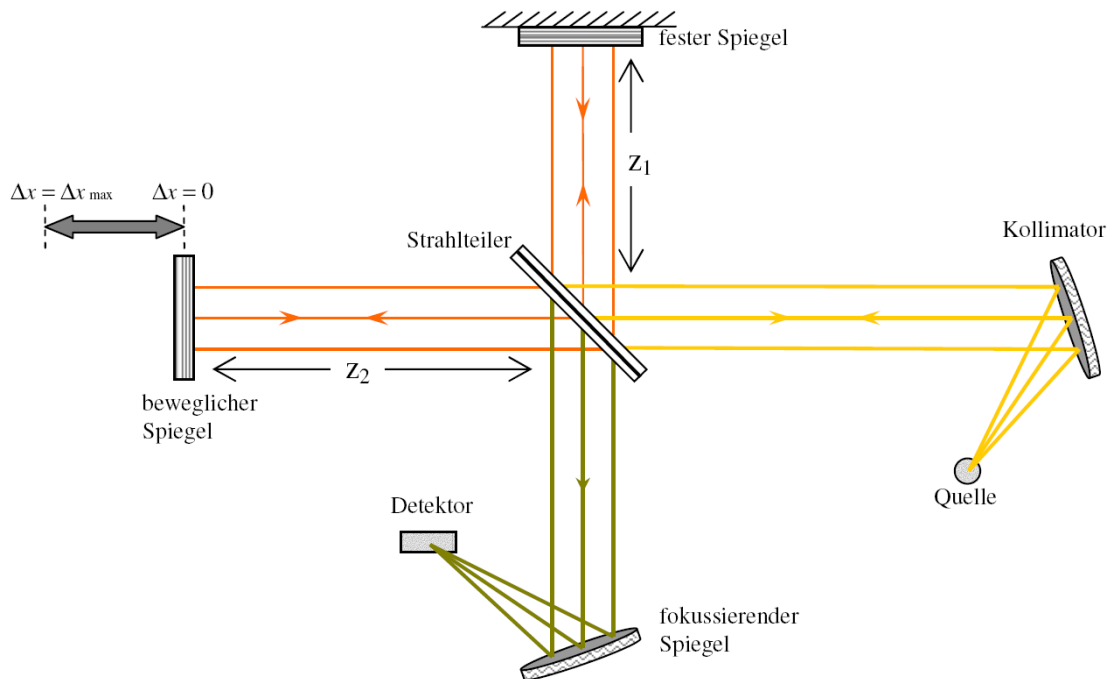


Abbildung 2: Schematischer Aufbau eines *Michelson-Interferometers* (Abbildung aus [3])

und Kristall (hier Diamant) reflektiert (s. Abb. 3). Dabei tritt ein Teil der Strahlung jedoch in das Material der Probe ein und wird dort absorbiert. Die Eindringtiefe in die Probe lässt sich anhand der Gl. (3) bestimmen. Darin stellt n_2 den Brechungsindex der Probe und λ die Wellenlänge dar.

$$d_P = \frac{\lambda}{2\pi n_1 \sqrt{\sin^2(\alpha) - \left(\frac{n_2}{n_1}\right)^2}} \quad (3)$$

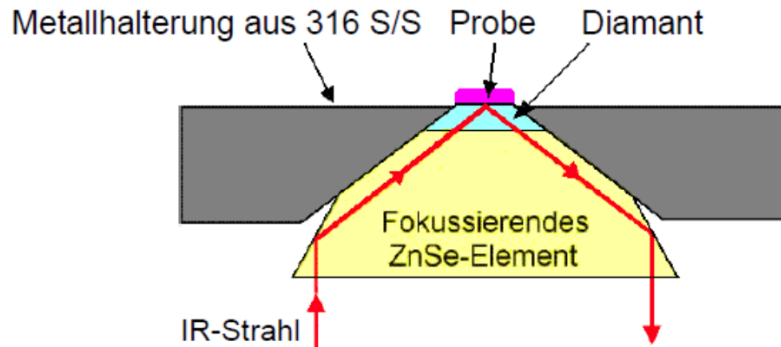


Abbildung 3: Schematischer Aufbau des ATR-Moduls zur FT-IR-Spektroskopie von Feststoffen. Rot eingezeichnet ist der Strahlengang des Lichts. [1]

Für die Untersuchungen in der Gasphase wird eine Zelle in den Strahlengang gebracht, die eine Kammer enthält, welche mit Gas befüllt werden kann. An den Enden der Kammer wird der Lichtstrahl dann mehrmals reflektiert (Zellenart abhängig). Je nach Gaskonzentrationen in der Kammer durchläuft der Strahl einige Male die Probe und eine gut detektierbare Intensitätsabschwächung zu erreichen. Somit sind insgesamt Wegstrecken von mehreren 10 m erreichbar. Für die flüssigen Proben muss diese Prinzip jedoch abgewandelt werden, da die Intensitätsabschwächungen sonst zu groß wären. Die zu untersuchende Probe wird hierfür in spezielle, infrarotdurchlässige Küvetten gegeben und im Strahlengang positioniert. Das Fenstermaterial muss so gewählt werden, das keine Überschneidungen mit der Absorption der Probe auftreten. Im wesentlichen bestehen die Zellen aus zwei planparallelen Fenstern, die die Funktion eines Spiegels erfüllen und den Lichtstrahl reflektieren. Zwischen den Fenstern ist ein sog. Spacer installiert, der die Dicke der Probe bestimmt. Diese Dicke d_s kann ebenfalls aus dem Spektrum bestimmt werden und reicht für gewöhnlich von wenigen Mikrometern bis hin in den Millimeterbereich. Zur Bestimmung der Dicke wird einfach eine leere Zelle in den Strahlengang gebracht und vermessen. Ein typisches Spektrum dieser Messung ist in Abb. 11 zu sehen. Über die Beziehung (4) kann die Spacerdicke aus dem Spektrum bestimmt werden.

$$d_s [\mu m] = \frac{N \cdot 10\,000}{2n(\tilde{\nu}_1 - \tilde{\nu}_2)} \quad (4)$$

Worin N die Zahl der Wellenzüge zwischen den Wellenzahlen $\tilde{\nu}_1$, $\tilde{\nu}_2$, n den Brechungsindex der leeren Küvette darstellt. Die Größen $\tilde{\nu}_1$, $\tilde{\nu}_2$ bezeichnen den Anfang bzw. Ende des Auswertebereiches.

3 Durchführung

Zunächst wird die Einheit mit der Probenhalterung eingesetzt. In der Software wird ebenfalls die Einstellung für diese Einheit ausgewählt und die Anzahl der durchzuführenden Scans auf 10 gestellt. Die Auflösung beträgt 4 Wellenzahlen in einem Bereich von $\tilde{\nu} = 450 \dots 4000 \text{ cm}^{-1}$. Im Menü *Material* ist das jeweilige Fenstermaterial der Probenküvette einzugeben (hier KBr). Anschließend wird ein Untergrundspektrum aufgenommen. In diesem Schritt befindet sich keine Zelle im Strahlengang. Das Hintergrundspektrum wird von der Software selbständig gespeichert und von den weiteren Spektren abgezogen. Zur Aufnahme eines Probenspektrum wird die mit Gas gefüllte Küvette auf der Halterung positioniert und die Messung gestartet. Nachfolgend wird die Küvette mit Stickstoff gespült und wieder im Strahlengang positioniert. Das so erhaltene Spektrum zeigt die Verunreinigungen auf den Fenstern, bzw. Reste der vorherigen Füllung. Zieht man dieses Spektrum von der eigentlichen Probenmessung ab, so erhält die Absorption bzw. Transmission des Stoffes in der Küvette. Es wird im folgenden nicht näher auf die Hintergrundspektren eingegangen. Es sei daher an dieser Stelle gesagt, dass vor jedem Wechsel der Messeinheit ein solcher Hintergrund aufgenommen wird. Für die Bestimmung der Spektren der Öle ist die Gaszelle mit Flüssigkeitszellen auszutauschen. Nach jedem Durchgang wird die Flüssigkeitszelle mit den CaF_2 -Fenstern mit Isopropanol und Reinsttüchern gereinigt und für die darauffolgende Untersuchung neu befüllt. Dabei ist zu beachten, dass das Fenstermaterial so zu wählen ist, dass es infrarotes Licht in Bereich, in der die Probe absorbiert, transmittiert. Dies kann in beiliegenden Datenblättern eingesehen werden. Zur Bestimmung der Stoffzusammensetzung der Pulver wird die Probenhalterung mit der ATR-Einheit ausgetauscht. Anschließend wird das unbekannte Pulver auf den Probenträger gegeben und mit einer Stellschraube angepresst. Nach jeder Messung ist der Probenträger mit Isopropanol zu reinigen. Dieser Vorgang wird für die anderen Pulver wiederholt. Die aufgenommenen Spektren können jetzt mit der Software analysiert werden. Dazu können die Spektren mit einer Datenbank verglichen werden. Der Korrelationsfaktor zeigt dabei an, wie gut die Übereinstimmung ist. Mit dieser Methode kann die unbekannte Probe identifiziert werden.

4 Auswertung

4.1 FT-IR-Spektren von Stickstoff und Methan

In Abb. 4 ist das Spektrum aus der Messung mit Stickstoff dargestellt. Es sind keine klar identifizierbaren Banden zu erkennen. Dies deckt sich auch mit den theoretischen Überlegungen, da Stickstoff ein homonukleares Molekül ist und damit keine Dipoländerung zeigt. Eine Rotations-Schwingungsanregung ist damit nicht möglich und liefert somit keinerlei Absorption im Messbereich. Allerdings sind im Bereich um Wellenzahl $\tilde{\nu} = 3600 \text{ cm}^{-1}$ und $\tilde{\nu} = 1500 \text{ cm}^{-1}$ Ansätze von Bandenstrukturen zu erkennen. Dies führt darauf zurück, dass die Messzelle einige Verunreinigungen beinhaltet. Der Wellenzahlbereich in dem diese Strukturen auftreten stimmt mit dem Bandenspektrum von Wasser in guter Näherung überein [4].

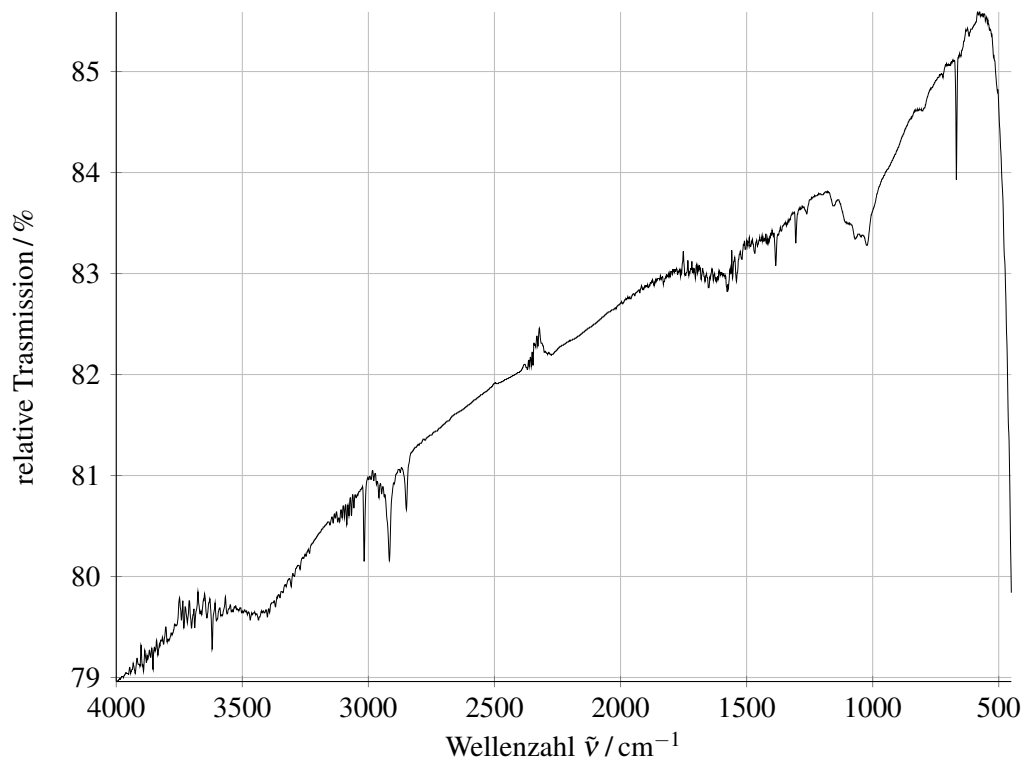


Abbildung 4: Transmissionspektrum für Stickstoff in einer Gaszelle mit CaF_2 -Fenstern. In Übereinstimmung mit der Literatur ist die x-Achse gespiegelt aufgetragen.

Mit dem gleichen Gefäß wurde nun eine Messung mit Methanfüllung aufgenommen. In Abb. 5 sind zwei Spektren zu sehen. Dabei ist in schwarz das Spektrum ohne Korrektur durch die Verschmutzung der Zelle geplottet, während in der roten Kurve diese Korrektur mit eingerechnet wurde. Man erkennt eine recht hohe Absorption durch das Methan, was aus den ausgeprägten Banden hervorgeht. Über die Konzentration von Methan in der Gaszelle lässt sich an dieser Stelle leider keine Aussage tätigen, da keinerlei Referenzspektren zu Verfügung standen. Mit Hilfe der Literatur konnten die beiden stärksten Banden bei $\tilde{\nu} = 3016 \text{ cm}^{-1}$ als asymmetrische Streckschwingung bzw. $\tilde{\nu} = 1303 \text{ cm}^{-1}$ als eine Mischung aus Streck- und Biegeschwingung

identifiziert werden [5 S. 1039].

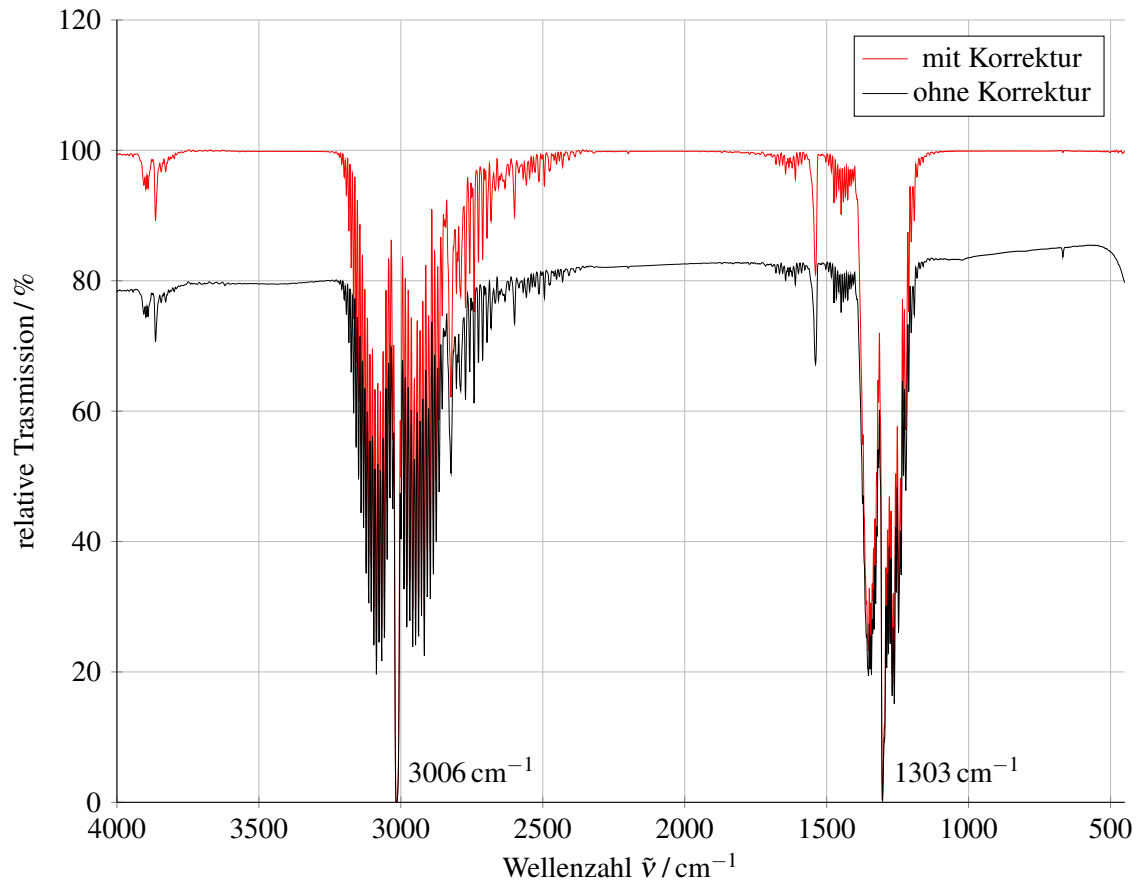


Abbildung 5: Transmissionspektrum für Methan in einer Gaszelle mit CaF_2 -Fenstern. Dargestellt sind die zwei Graphen mit und ohne Korrektur der Zellenverschmutzung.

4.2 FT-IR-Spektrum von PVC und einer unbekannten Folie

Nach Einsetzen der ART-Einheit können Feststoffproben untersucht werden. Die zu untersuchende Probe bestand aus einem quadratischen Stück einer Polyvinylchloridfolie. Die Abb. 6 zeigt das zugehörige Spektrum. Ebenfalls enthalten ist ein Referenzspektrum von Dibutylphthalat aus der Datenbank der Software. Dies lieferte die größte Übereinstimmung (Korrelationsfaktor: 88,7 %) mit dem Probenspektrum. Diese hohe Übereinstimmung ist zunächst verwunderlich, da erwartet wurde, dass es direkt eine Übereinstimmung mit PVC gibt. Im Zuge der Recherche konnte Dibutylphthalat allerdings als ein Weichmacher identifiziert werden, der sehr häufig in Verbindung mit PVC eingesetzt wird. Das Spektrum zeigt damit also eine Überlagerung der Transmission verursacht durch PVC und dem Weichmacher.

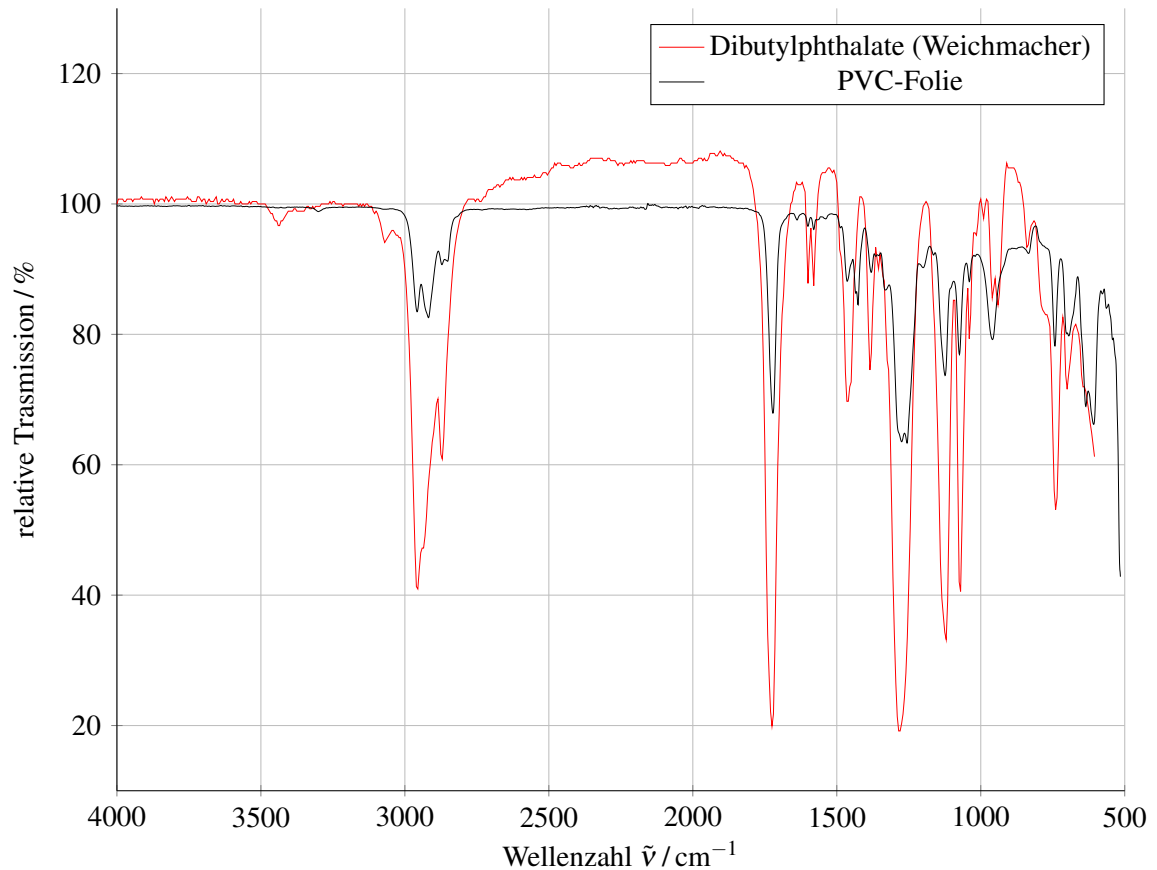


Abbildung 6: Die beiden Graphen zeigen die Transmission für PVC-Folie (schwarz) und eine Referenzspektrum von Dibutylphthalat (rot)

Anschließend wurde eine Folie unbekannten Stoffes untersucht. Die Vermutung ist, dass es sich hierbei ebenfalls um eine Kette aus Kohlenwasserstoffen handelt. Die Abb. 7 zeigt das Spektrum der unbekannten Folie. Ein Vergleich mit der Datenbank lieferte die größte Übereinstimmung mit einem Korrelationsfaktor von 97,92 % bei Polyethylen. Polyethylen ist ein Molekül bestehend aus $R-[\text{CH}_2-\text{CH}_2]_n-R$ -Ketten. Die Methylengruppen in diesen Ketten können je nach Kettenlängen unterschiedliche Wellenzahlen absorbieren. In der Literatur werden die Absorptionsbanden für $n = 2$ im Bereichen $\tilde{\nu} = 720 \text{ cm}^{-1}$, $\tilde{\nu} = 1300 \text{ cm}^{-1}$, $\tilde{\nu} = 1470 \text{ cm}^{-1}$ und $\tilde{\nu} = 2800 \dots 3000 \text{ cm}^{-1}$ angegeben [1]. Dies deckt sich in guter Übereinstimmung mit dem aufgenommenen Spektrum der Probe (s. Abb. 7).

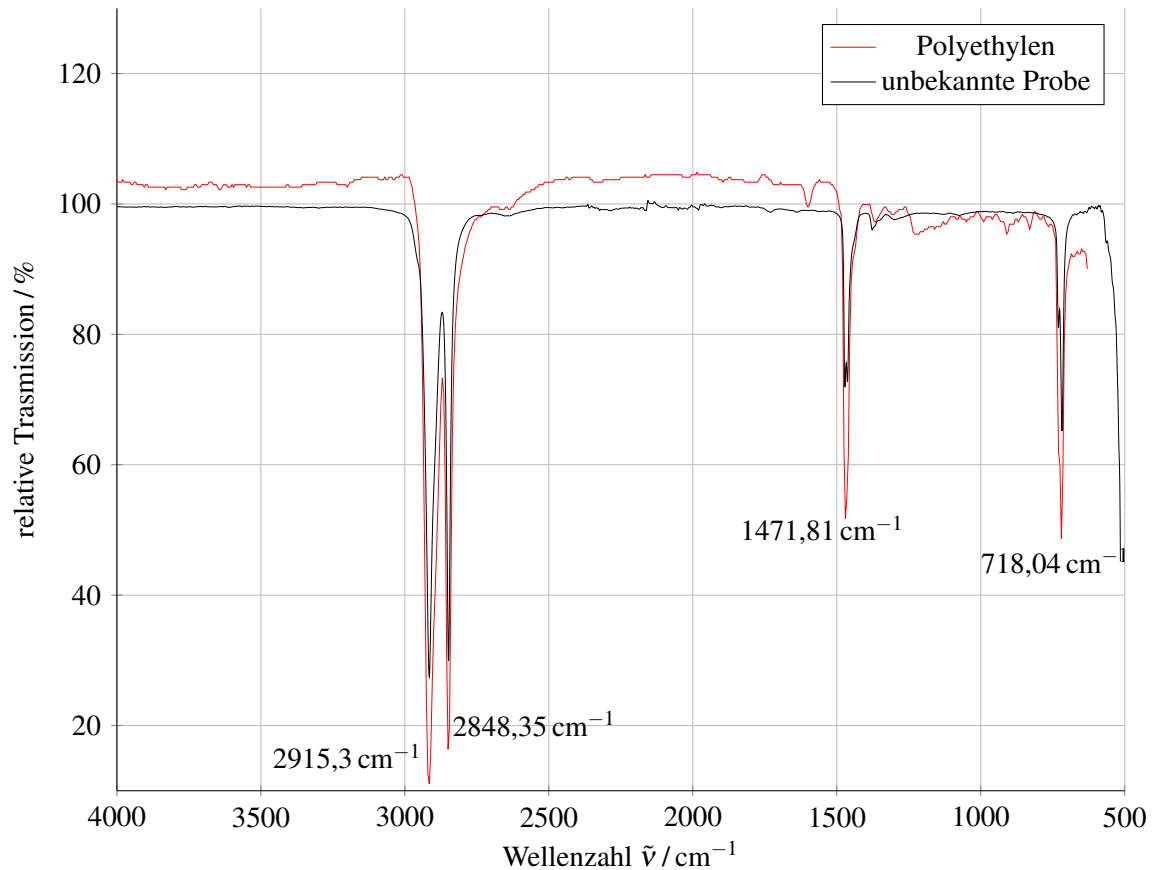


Abbildung 7: Die unbekannte Folie zeigt im Transmissionspektrum starke Absorption bei Wellenzahlen, die für Polyethylen charakteristisch sind. Der Korrelationsfaktor mit Polyethylen beträgt 97,92 %.

Nach Beziehung (3) lässt sich nun die Eindringtiefe der Strahlung in die Probe bestimmen. Die Tab. 1 zeigt die bestimmten Werte in Abhängigkeit von der Wellenlänge. Die Brechungsindizes wurden dabei entsprechend der Versuchsanleitung $n_2 = 1,51$ (Folie) und $n_1 = 2,376$ (Diamant) entnommen. Der Einfallswinkel α in der ATR-Einheit beträgt 48° .

Tabelle 1: Eindringtiefen d_p der IR-Strahlung in die Probe. Es wurden die Wellenzahlen aus der Abb. 7 verwendet.

Wellenzahl $\tilde{\nu} / \text{cm}^{-1}$	Wellenlänge λ / nm	Eindringtiefe d_p / nm
2915,3	3430	596,5
2848,35	3510	610,4
1471,81	6794	1181
718,04	13926	2426,9

Natürlich können auch Eindringtiefen in anderen Feststoffen wie beispielsweise der Pulver

bestimmt werden. Allerdings gestaltet es hier schwierig, da teilweise sehr viele Peaks beobachtet werden. Daher wurde die Eindringtiefe nur für den Fall Polyethylen berechnet.

4.3 FT-IR-Spektren der unbekannten Pulver

In dem nun folgenden Abschnitt soll die Zusammensetzung der unbekannten Pulver A, B und C bestimmt werden. Die Abb. 8 bis 10 zeigen die aufgenommenen Spektren. Zusätzlich wurde zu jedem Stoff das Referenzspektrum aus der Datenbank geplottet, für das sich die größte Übereinstimmung finden ließ. In Abb. 8 konnte für das Gemisch bestehend aus den Stoffen Natriumcyclamat, Natriumhydrogencarbonat, Mononatriumcitrat, Saccharin und Laktose die größte Korrelation (98,99 %) festgestellt werden. Betrachtet man die Inhaltsstoffe dieses Gemisches so findet man sie zum Beispiel in Süßstoff wieder. Somit konnte das Pulver A als Süßstoff für Kaffee bzw. Tee etc. identifiziert werden.

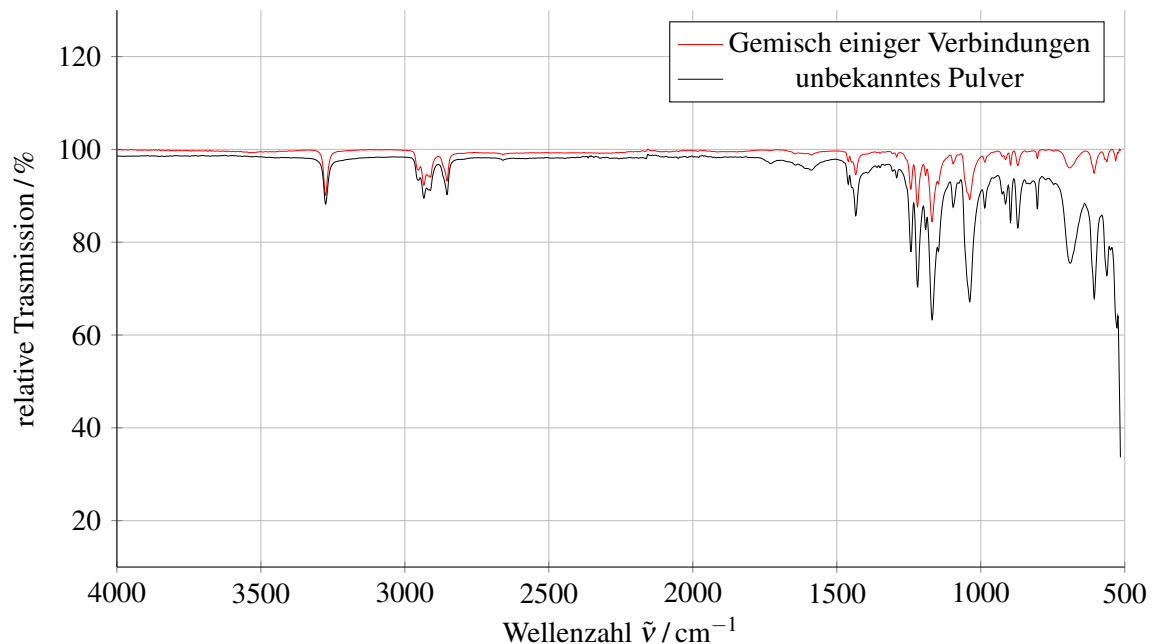


Abbildung 8: Das Transmissionsspektrum des unbekannten Pulvers zeigt eine größte Übereinstimmung 98,99 % mit einem Referenzspektrum aus der Datenbank, bestehend aus einem Gemisch von Verbindungen wie es beispielsweise in Süßstoffen vorkommt.

Auf die gleiche Weise konnte Pulver B mit einer Übereinstimmung von 68,34 % als Acetylsalicylsäure (kurz: ASS) identifiziert werden. Die in diesem Fall vergleichbar geringe Korrelation mit dem Messspektrum kommt dadurch zustande, da in dem Pulver B noch andere Substanzen wie Bindungsmittel vorhanden sind. Diese können ebenfalls IR-Licht absorbieren, so dass eine Überlagerung der Banden der verschiedenen Stoffe zu beobachten ist. Ein Vergleich mit dem Spektrum einer Ratiopharm ASS Tablette zeigt eine genauere Bandenübereinstimmung (s. Abb. 9 blaue Kurve). Damit ist es ersichtlich, dass es sich bei Pulver B um eine Substanz mit dem Wirkstoff Acetylsalicylsäure handelt. Das FT-IR-Spektrum von Pulver C ist der Abb. 10 dargestellt. Es handelt sich hierbei mit großer Sicherheit um Tafelkreide, da dieses Spektrum mit dem Datenbankspektrum

von Calciumcarbonat korreliert (Korrelationsfaktor 87,06 %).

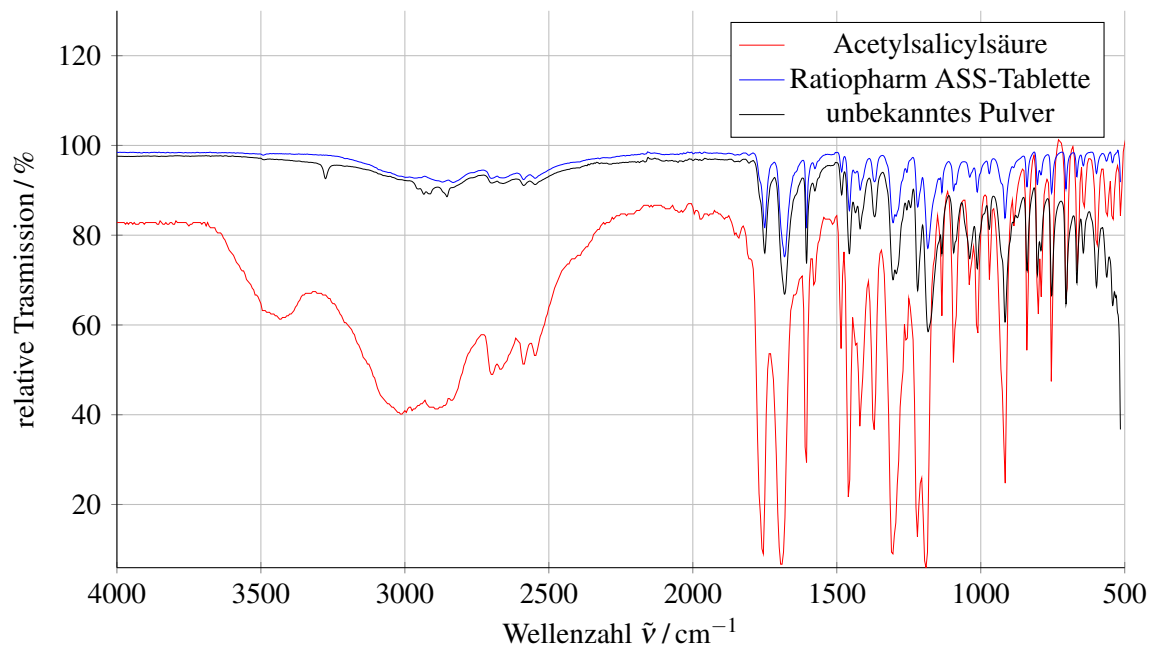


Abbildung 9: Das Transmissionsspektrum des unbekannten Pulvers zeigt eine gute Übereinstimmung 68,34 % mit dem Wirkstoff Acetylsalicylsäure. Eine bessere Übereinstimmung findet sich mit dem Spektrum einer Ratiopharm ASS-Tablette aus der Datenbank.

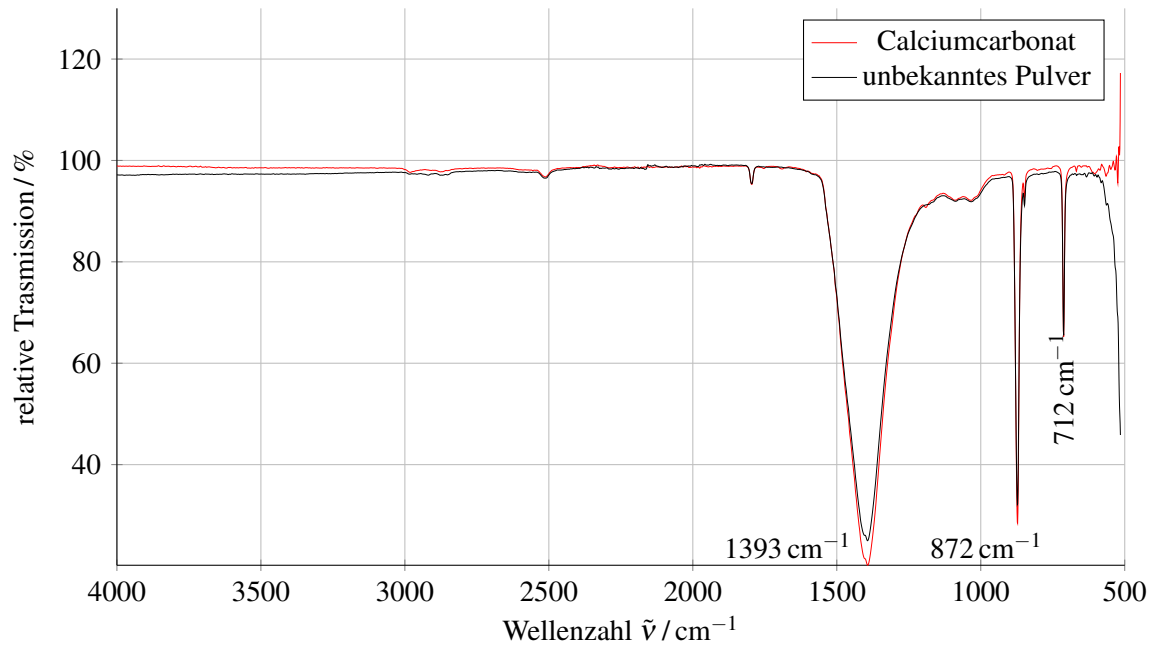


Abbildung 10: Das Transmissionsspektrum des unbekannten Pulvers korreliert mit dem Referenzspektrum von Calciumcarbonat (Kreide).

4.4 Bestimmung der Küvettendicke und FT-IR-Spektren der Öle

Zur Spektrenaufnahme der Öle wurden nun die Flüssigkeitsküvetten benutzt. Zuerst wurden die Schichtdicken von zwei verschiedenen Küvetten vermessen. Die Spektren sind in der Abb. 11 dargestellt. Nach (4) kann der Abstand zwischen den beiden Küvettenfenstern bestimmt werden. Die folgende Tabelle listet die gemessenen und bestimmten Daten auf. Es zeigt sich, dass je nach Material des Spacers unterschiedliche Abstände realisiert werden können. So sind beispielsweise mit dem Bleispaceer eher kleinere Abstände zu realisieren, während hingegen bei der Verwendung von Teflon als Abstandsplättchen größere Zwischenräume möglich sind. In Abb. 11 kann man außerdem noch erkennen, wie stark das Fenstermaterial die Messung beeinflussen kann. Ab etwa $\tilde{\nu}=1500\text{ cm}^{-1}$ hin zu kleineren Wellenzahlen kann eine abnehmende Transmission beobachtet werden, was auf das verwendete Fenstermaterial zurückzuführen ist, da eine leere Küvette im Strahlengang positioniert wurde.

Tabelle 2: Schichtdicke d_s zweier Flüssigkeitsküvetten.

Fenstermaterial	Spacermaterial	N	Wellenzahlbereich	Schichtdicke $d_s / \mu\text{m}$
KBr	Blei	18	$3854,78\text{ cm}^{-1} - 610,43\text{ cm}^{-1}$	27,74
CaF ₂	Teflon	15	$3305,46\text{ cm}^{-1} - 2420,34\text{ cm}^{-1}$	84,7

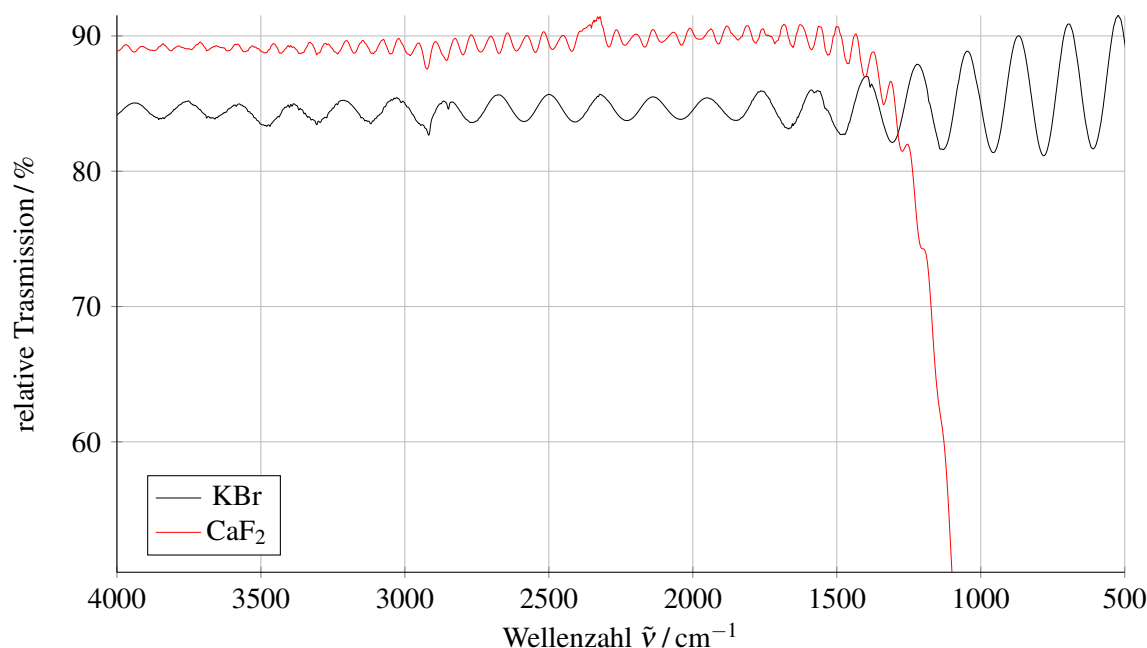


Abbildung 11: Das Transmissionsspektrum der Schichtdickenbestimmung von Kaliumbromid (schwarz) und Calciumfluorid (rot).

Zur weiteren Aufnahme der Ölspektren wurde nur die CaF_2 -Küvette verwendet, weil diese das unempfindlichere Fenstermaterial besitzt. Die Spektren sind in Abb. 12 einzusehen. Es wird beobachtet, dass die Spektren in weiten Teilen übereinstimmen, was auf die Struktur vor allem aber auf die identischen funktionellen Gruppen (Ester) der Moleküle zurückgeführt werden kann. Dabei können im Bereich von etwa $\tilde{\nu}=1735 \dots 1750 \text{ cm}^{-1}$ intensitätsreiche Streckschwingungen der $\text{C}=\text{O}$ -Bindung und um $\tilde{\nu}=1000 \dots 1200 \text{ cm}^{-1}$ Streckschwingungen der $\text{C}-\text{O}$ -Bindung beobachtet werden. Die in Sättigung befindliche Bande bei $\tilde{\nu}=2800 \dots 3000 \text{ cm}^{-1}$ ist der CH_2 -Bindung zuzuschreiben, wobei es sich ebenfalls wie im Methan um eine asymmetrische Streckschwingung handelt [1].

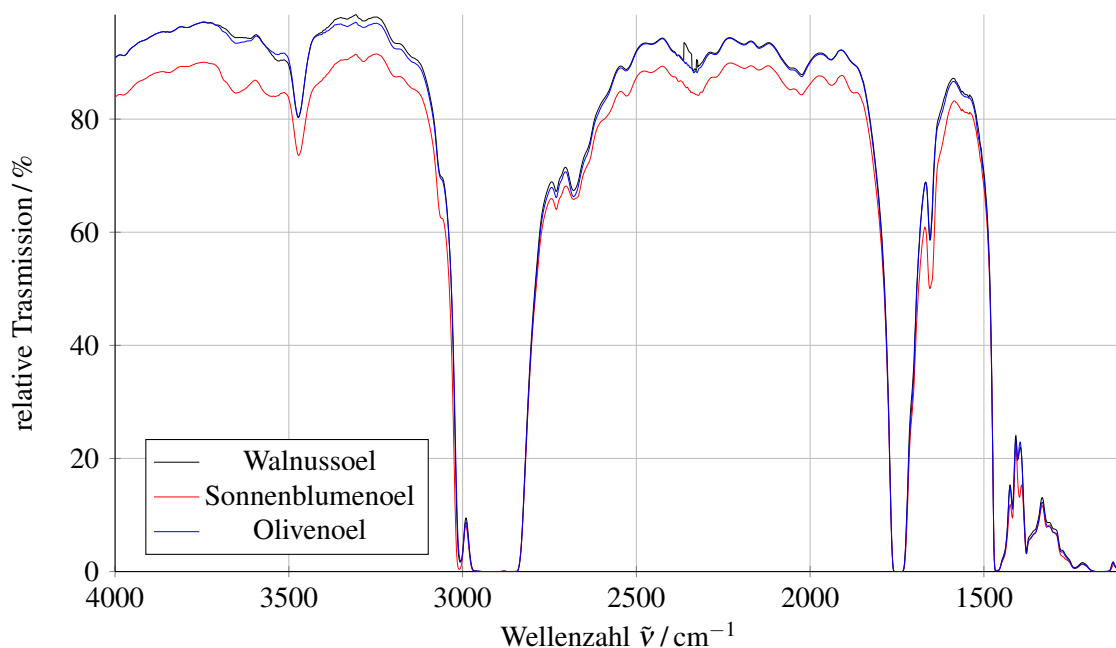


Abbildung 12: Transmissionsspektrum verschiedener Öle.

5 Fehlerbetrachtung

Es wurde anfangs schon ein mal erwähnt, dass die Fourier-Transformation nur in einem endlichen Frequenzbereich stattfindet, was zu einer Abweichung zwischen Interferogramm und transformiertem Spektrum führt. Wie man in Abb. Stickstoff beobachten kann bildet die Verunreinigung der Messzellen eine große Fehlerquelle. Oftmals müssen deshalb zusätzliche Spektren der reinen Zelle (ohne Füllung) aufgenommen werden. Um Rückstände innerhalb der Zellen zu reduzieren müssen zusätzlich zum Teil lange Spülzeiten mit einem infrarotinaktiven Gas beispielsweise Stickstoff durchgeführt werden. Dies war in diesem Versuch teilweise möglich, weshalb alle Messwerte nur wenig fehlerbehaftet sein sollten. Bei der Messung mit der Methanfüllung, konnte dieser Fehler noch zusätzlich reduziert werden, da es hier möglich war eine Messung mit einer leeren gespülten Probenzelle durchzuführen. Da die Oberflächen der ATR-Einheit und die Flüssigkeitsküvette nach jeder Messung mit Isopronaol gereinigt wurden, ist hier ebenfalls von einem geringen Fehler auszugehen. Ebenfalls konnte durch die Mittelung über 10 Scanvorgänge der zufällige Fehler gesenkt werden. Dies spiegelt sich dadurch wieder, dass beispielsweise bei einem Stoß am Tisch oder am Gerät selbst kleine Verstellungen des Spiegels durch den Stoß ausgeglichen werden. Eine weitere Fehlerquelle bildet natürlich die Zusammensetzung des chemischen Stoffes. Da dieser jedoch nicht selbst hergestellt wurde sondern zum Teil in Pharmaunternehmen sollte die Zusammensetzung keine großen Anteile an Fremdverbindungen enthalten.

6 Quellen

- 1) Versuchsanleitung Praktikumsversuch FT-IR-Spektroskopie
- 2) <http://www.ir-spektroskopie.de/spec/ftir-prinzip/>
- 3) http://www.uni-muenster.de/imperia/md/content/physikalische_chemie/praktikum/app_ir.pdf
- 4) <http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C7732185&Units=SI&Type=IR-SPEC&Index=1#IR-SPEC>
- 5) Greenhouse molecules, their spectra and function in the atmosphere, JACK BARRET
in *Energy & Environment Volume 16 No. 6 2005*
http://www.warwickhughes.com/papers/barrett_ee05.pdf