



# Infrarotspektroskopie

## Quantitative und Qualitative Bestimmung von Citronensäure und Sekundärstrukturanalyse von Polylysin

### Versuchsdurchführende

Tom Oberländer (633676)  
Huyen Anh Nguyen (572309)

### Versuchsort

Invalidenstraße 42, Erdgeschoss rechts  
Institut für Biophysik

### Versuchsbetreuer

Prof. Dr. Franz Bartl

5. Juli 2024

# Contents

<b>1 Einführung</b>	<b>1</b>
<b>2 Material und Methode</b>	<b>1</b>
2.1 Polylysin . . . . .	2
<b>3 Ergebnis</b>	<b>3</b>
3.1 Qualitative und Quantitative Bestimmung von Citronensäure . . . . .	3
3.1.1 Infrarotbande von Citronensäure . . . . .	3
3.1.2 Konzentrationsbestimmung von Citronensäure . . . . .	3
3.2 Sekundärstrukturaufklärung von Polylysin . . . . .	3
<b>4 Diskussion</b>	<b>3</b>
4.1 Citronensäure . . . . .	3
4.2 Polylysin . . . . .	3
<b>5 Anhang</b>	<b>3</b>
5.1 Rohdaten . . . . .	3
5.1.1 Standardreihe Citronensäure . . . . .	4
<b>References</b>	<b>4</b>

## 1 Einführung

Infrarotspektrometrie untersucht, anders als in der klassischen Spektroskopie nicht die Änderung der Energiezustandes der Elektronen in der äußersten Schalen der zu untersuchende Substanz sondern, die Änderung der Schwingungszustandes des Moleküles.

Die Energie die ein Molekül bzw Atom von den Infrarotstrahlungen absorbieren ist ausreichend um die Rotationszustandes eines Moleküls und die Schwingungszustandes einer Bindung charakteristisch zu verändern. Damit ermöglicht die Infrarotspektroskopie die Struktur eines Moleküles zu untersuchen.

Zusätzlich kann auch mit der Infrarotspektrometrie nicht nur die qualitative Analyse durchgeführt werden, sondern auch die quantitative Analyse. Dies bietet die Möglichkeit Konzentrationenbestimmungen durchzuführen die wo die klassischen Spektrometrie ihre Grenzen hat.

So liegt die Absorptionsbande von Citronensäure bei  $\lambda = 200\text{nm}$  und ist mit den heutigen UV-Spektrometer kaum detektierbar.<sup>3</sup> Da die Rotationszustände charakteristisch ist, kann nicht nur qualitativ Citronensäure bestimmt werden sondern auch quantitativ.

Für den Versuch wird das Spektrum der Citronensäure mittels Attenuated Total Reflection-Zelle (abgekürzt: ATR-Zelle) gemessen. Dabei

## 2 Material und Methode

Alle Messungen wurden am IFS 66v/S Spektrometer (Bruker, Berlin - Humboldt Universität zu Berlin am Biophysik Institut) durchgeführt.

Die gemessenen Infrarotspektren wurden die Maxima in den ausgewählten Analysenbereich mit der Gaussfunktion in Python (scipy, curve\_fit) bestimmt.

### 2.1 Citronensäure-Messungen

Die Citronensäureproben wurden in Wasser gelöst und bei Normaldruck und 20 Grad Celsius auf die ATR-Zelle aufgetragen und im Spektrometer gemessen.

Gegen die Standardkurve, welches nach Table 2 hergestellt wurde, wurde die Konzentration der zwei unbekannten Citronensäureproben bestimmt.

Als Blanklösung wurde reines Wasser verwendet.

Die in Wasser gelösten Citronensäurenproben wurde gegen die Standardreihe, welches nach Table 1 hergestellt wurde, gemessen.  
Die Messung

## **2.2 Polylysin**

Polylysin wurde in Deuteriumoxid gelöst und in unterschiedlichen Bedingungen die

## 3 Ergebnis

### 3.1 Qualitative und Quantitative Bestimmung von Citronensäure

#### 3.1.1 Infrarotbande von Citronensäure

#### 3.1.2 Konzentrationsbestimmung von Citronensäure

### 3.2 Sekundärstrukturaufklärung von Polylysin

## 4 Diskussion

### 4.1 Citronensäure

### 4.2 Polylysin

## 5 Anhang

### 5.1 Rohdaten

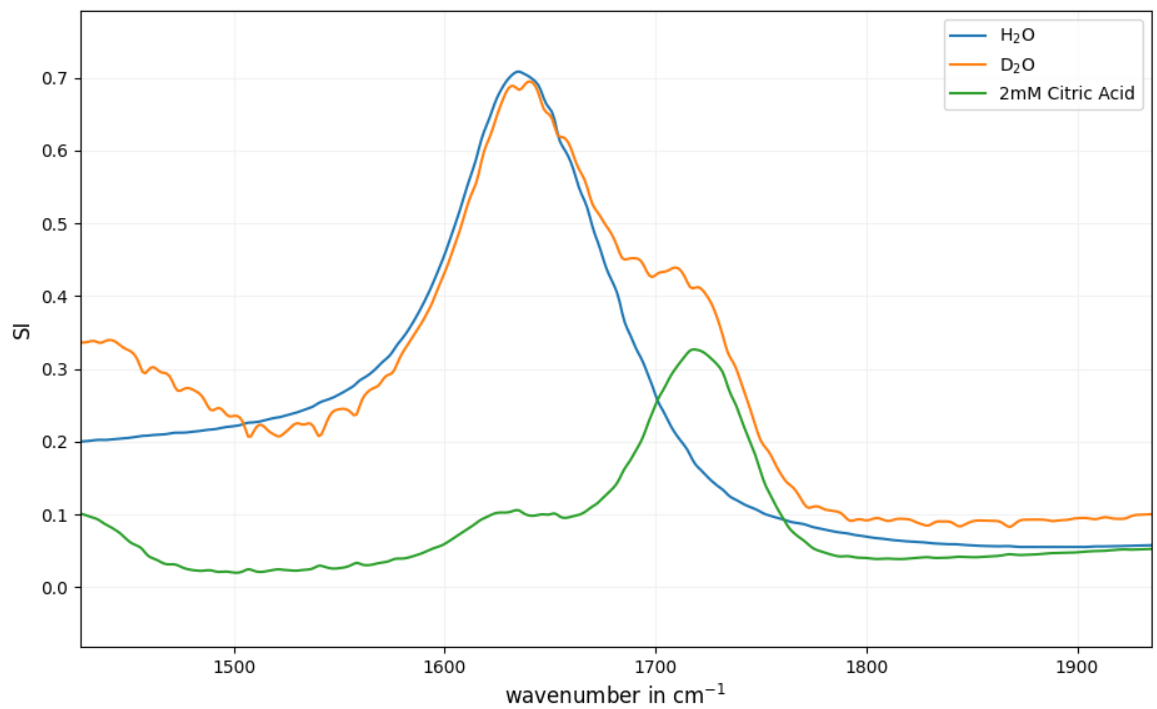


Figure 1: Infrarotspektrum von Wasser, Deuteriumoxid und 2mM Citronensäure in Wasser. Die Extrema in dem Bereich von Wasser und Deuteriumoxid überlappen mit dem Peak von Citronensäure.

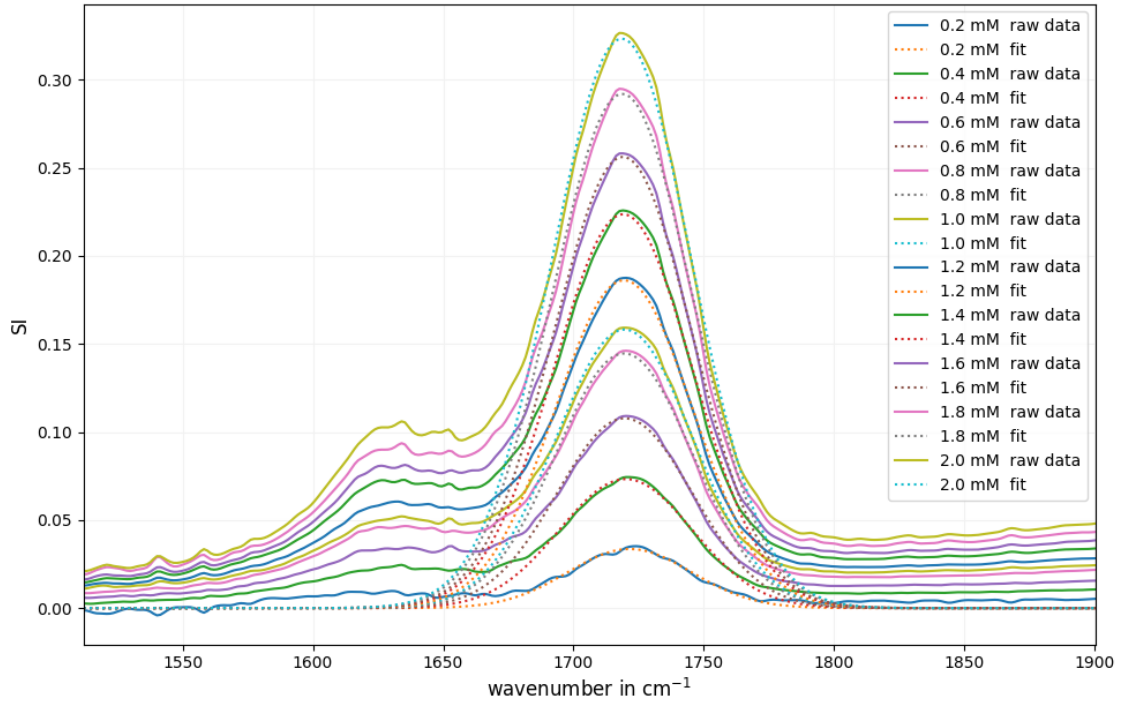


Figure 2: Infrarotspektrum der Verdünnungsreihe von Citronensäure in Wasser und der gaussche Fit des Maxima.

### 5.1.1 Standardreihe Citronensäure

Table 1: Pipettierschema der Standardreihe von Citronensäure in  $\text{H}_2\text{O}$ . Die molare Konzentration der Stammlösung beträgt 2mM in Wasser.

c(Citronensäure) in mM	V(2mM Citronensäure) in mL	V( $\text{H}_2\text{O}$ in mL)
2.0	2.0	0.0
1.8	1.8	0.2
1.6	1.6	0.4
1.4	1.4	0.6
1.2	1.2	0.8
1.0	1.0	1.0
0.8	0.8	1.2
0.6	0.6	1.4
0.4	0.4	1.6
0.2	0.2	1.8
0.0	0.0	2.0

## References

<sup>1</sup> Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP. Spektrometrie. gelesen: 13. Juli 2024, 08:48 Uhr. URL: <https://www.iap.fraunhofer.de/de/Analytik/spektrometrie.html>.

<sup>2</sup> 3 Sergei Yu. Venyaminov<sup>2</sup> and Franklyn G. Prendergast. Water (h<sub>2</sub>O and d<sub>2</sub>O) molar absorptivity in the 1000–4000 cm<sup>−1</sup> range and quantitative infrared spectroscopy of aqueous solutions. 1997. doi:10.1006/abio.1997.2136.

<sup>3</sup> Wacław Kolodziejcki Sylwester Krukowski, Mateusz Karasiewicz. Convenient uv-spectrophotometric determination of citrates in aqueous solutions with applications in the pharmaceutical analysis of oral electrolyte formulations. 2016. doi:10.1016/j.jfda.2017.01.009.