

FTIR-Spektroskopie - Gas-Analytik mit Multireflexionstechnik -

Die Untersuchung der Stickoxidkonzentration in der Umgebungsluft stellt eine zentrale Fragestellung in der Umweltanalytik dar. Im Praktikum soll der CO-Gehalt einer Zigarettenprobe mit der FTIR-Multireflexionstechnik ermittelt werden.

Praktische Durchführung:

Equipment:

- Perkin Elmer Spectrum 100, Spectrum V10 (FT IR)
- 99,5%iges Kohlenmonoxid in einer Druckgasflasche: von der zuständigen betreuenden Person wird in einem Vorratsgefäß im Abzug eine ausreichende Menge an CO zur Verfügung gestellt
- Probenvorbereitungsbeutel: ein Sack mit einem Volumen von 4150 cm³ in einer unten geöffneten Plastikflasche mit Verschlussventil
- Beutel für den Zigarettenrauch
- Spritzen zur Entnahme des CO (1-100 mL), sowie entsprechende Verbindungsschläuche

1) Aufnahme des Gesamtspektrums, Bestimmung des Scanbereichs für CO

Geräteeinstellungen:

Auflösung: 2 cm⁻¹

Scanzahl: 8

Scanbereich: 4000-600 cm⁻¹

Messprogramm:

Spektrum V10 (FT IR)

Hintergrund aufnehmen (vor der ersten Messung): "Untergrund"

Messung aufnehmen: "Start" – jeweils den Probenamen eingeben

Vor der ersten Messung muss der Hintergrund aufgenommen werden. Da wir in Gasphase messen, dient dazu Druckluft. Die Gasmesszelle wird etwa eine Minute (bei offenen Hähnen) gespült. Danach werden die Hähne geschlossen und durch klicken auf "Untergrund" der Bezugspunkt definiert. Das somit gemessene Spektrum wird automatisch von jedem weiteren Spektrum "Start" abgezogen.

Nun wird der erste Standard hergestellt: Dazu wird zuerst kontrolliert, ob der etwa 4 Liter-Behälter vollständig entleert ist und dieser dann etwa zur Hälfte mit Luft gefüllt. Nun wird mit einer Spritze eine definierte CO-Menge (10mL) zugegeben, der Zulauf mit einer luftgefüllten Spritze gespült und anschließend der Behälter vollständig mit Luft aufgefüllt, wobei aber kein Überdruck entstehen darf. Dieser durchmischte Standard wird nun durch die Gasmesszelle gepresst und vermessen. Bei geschlossenen Hähnen der Gasmesszelle kann die Messung gestartet werden "Start". Es werden 8 Scans aufgenommen. Am Ende wird das gemittelte Spektrum angezeigt. Durch markieren der entsprechenden Bereiche und Doppelklick darauf können diese vergrößert werden. Welche Informationen erhalten wir und in welchem Bereich ist CO eindeutig zu erkennen? Woher rühren die "Feinaufspaltungen"?

Der Sack mit dem Zigarettenrauch sollte vorbereitet sein, oder wird zu diesem Zeitpunkt gefüllt. Etwa ein Fünftel des Volumens wird durch die zuvor mit Druckluft gespülte Gasmesszelle gedrückt. Mit geschlossenen Hähnen wird nun das Spektrum der Probe aufgenommen. Was fällt im Vergleich zum zuvor gemessenen Standard auf? Das Spektrum soll interpretiert werden!

2) Aufstellen der Eichgerade, Vermessen der Probe

Geräteeinstellungen:

Auflösung: 16 cm^{-1}

Scanzahl: 8

Scanbereich: muss angepasst werden!!!

Nun werden Verdünnungen im Bereich von 0,01-3% vermessen. Hierbei ist unbedingt darauf zu achten welcher Bereich sinnvoll ist. Die Konzentrationen

müssen an die Probe angepasst werden!

Die Standards werden wie zuvor beschrieben hergestellt. Für die Kalibrationsgerade müssen mindestens 6 unterschiedliche CO-Luft-Gemische vermessen werden (auf einen sinnvollen Bereich achten!!!). Im Zuge dessen soll die untere Nachweisgrenze dieser Methode bestimmt werden. Dazu muss der Blindwert sechsmal bestimmt werden ($\alpha=5\%$, $f=6$, t-Verteilung: 2,447)

Benötigte Formeln:

- Erstellen der Geradengleichung: $y = b_0 + b_1 * x$
wobei b_1Empfindlichkeit und b_0Ordinatenabschnitt
- Analysenfunktion: $x_A = \frac{y_A - b_0}{b_1}$
- Nachweisgrenze: $y_{NWG} = y_B + 3 * s_B$
wobei y_BBlindwert (MW des Untergrundwertes des Signals) und s_BStandardabweichung des Blindwertes
- Nachweisgrenze bezüglich der Konzentration: $x_{NWG} = \frac{y_{NWG} - b_0}{b_1}$

Die restlichen vier Fünftel des Probensackes (Zigarettenrauch) werden in kleinen Portionen in die Messzelle gefüllt, um mindestens 4 Bestimmungen des CO-Gehaltes durchführen zu können ($\alpha=5\%$, $f=4$, t-Verteilung: 2,776).

3) Bestimmen der oberen Nachweisgrenze

Durch das Vermessen weiterer Standards mit einem höheren Gehalt an CO soll die obere Nachweisgrenze ermittelt werden. Wie könnte das Problem des eventuell auftretenden Plateaus bei der Probenbestimmung im Falle eines hohen CO-Gehaltes umgangen werden?

Auswertung:

Sämtliche Spektren mit Interpretationen, Eichgeraden, Gehaltsbestimmung der Probe für P- und Q- Zweig mit Vertrauensbereich, Beantwortung aller Fragen

Das Protokoll ist immer **spätestens** bis zum darauffolgenden **Montag** abzugeben!