

FTIR-Spektroskopie

FTIR ist eine Methode zur Strukturaufklärung, so können funktionelle Gruppen sehr einfach anhand eines FTIR Spektrums zugeordnet werden. Ziel des Praktikums ist die korrekte Zuordnung der Stoffe sowie die korrekte Zuordnung eines Probengemisches. Ein weiterer möglicher Anwendungsbereich ist die Untersuchung und Quantifizierung von Luftgemischen. Die Untersuchung der Stickoxidkonzentration in der Umgebungsluft stellt eine zentrale Fragestellung in der Umweltanalytik dar. Im Praktikum soll untersucht werden ob die Analysenmethode mittels FTIR sinnvoll ist.

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 Versuch Flussventil
- Beutel für den Zigarettenrauch
- Spritzen zur Entnahme des CO (1-100 mL), sowie entsprechende Verbindungsschläuche

Geräteeinstellungen:

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

1. Quantitative Bestimmung von organischen Verbindungen

Geräteeinstellungen:

Auflösung: 8 cm^{-1}

Sechs verschiedene flüchtige organische Verbindungen sollen anhand ihrer Infrarotspektren zugeordnet werden. Hierzu soll zuerst ein Hintergrund sowie ein Spektrum der Grundlinie aufgenommen werden. Anschließend wird die unbekannte organische Verbindung auf die Reflexionszelle getropft und gemessen. Zwischen den verschiedenen Messungen muss die Reflexionsoberfläche mit der unbekannt Probe gewaschen werden, da die vorherigen Substanzen die Messung stören könnten. Aufgrund der IR Banden sollen folgende Verbindungen zugeordnet werden: Toluol; Ethanol; Heptan; Acetonitril; Aceton; Tetrahydrofuran

Im Protokoll sind die Spektren der Verbindungen sowie eine Zuordnung und Interpretation der Spektren erforderlich. Welche Banden sind für die Verbindung charakteristisch und welche funktionellen Gruppen bzw. Molekülbestandteile sind für die Signale verantwortlich. Unterhalb finden sie eine Tabelle anhand derer man die einzelnen Verbindungen zuordnen kann.

OH Gruppe	3500-3000 breite Bande
CN Gruppe	2210-2260 characteristic
C-H Streckschwingung	2850-3000 scharf
Substituierter Aromat	800-600
C=C	1600-1400
Symmetrische CH Streckschw.	3200-2800 symmetrisch
C=O stretch	1700-1800

Anschließend soll ein unbekanntes Probengemisch analysiert werden. Welche Verbindungen befinden sich in dem Probengemisch? Interpretation sowie Spektren sind im Protokoll abzugeben!

2. Quantitative und qualitative Bestimmung von Kohlenmonoxid

a. Aufnahme des Gesamtspektrums, Bestimmung des Scanbereichs für CO

Geräteeinstellungen:

Auflösung: 2 cm^{-1}

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"?

b. Aufstellen der Eichgerade, Vermessen der Probe

Geräteeinstellungen:

Auflösung: 16 cm^{-1}

Scanbereich: muss angepasst werden!!!

Nun werden drei Verdünnungen vermessen. Diese sollen eine CO Konzentration von 5; 10 sowie 20ml/4l aufweisen. Die Standards werden wie zuvor

beschrieben hergestellt. Die Standards sollen hierbei 3-mal vermessen und hergestellt werden. Aus den 3 Werten von jeden Punkt kann ein Vertrauensbereich und eine Standardabweichung berechnet werden. Des Weiteren soll von jeder dieser Geraden die Nachweisgrenze und deren Standardabweichung bzw. Vertrauensbereiche bestimmt werden. Zur Bestimmung der Nachweisgrenze muss ein Blindwert (Messung von Luft 3x) bestimmt werden. Wäre eine Quantifizierung mit dieser Analysenmethode beziehungsweise Probenname sinnvoll? Falls die Methode nicht sinnvoll ist welche Verbesserungen kann man durchführen?

Benötigte Formeln:

Analysenfunktion $y=a+bx$

Nachweisgrenze: $LOD = y_B + 3s_B$

wobei y_B ...Blindwert (MW des Untergrundwertes des Signals) und s_B ...Standardabweichung des Blindwertes

Auswertung

Sämtliche Spektren mit Interpretationen, Eichgeraden, Beantwortung aller Fragen

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