

# Protokoll zur Übung FT-Infrarotspektroskopie

im Rahmen des Praktikums  
*Instrumentelles und Bioanalytisches Labor* an der TU Wien

Durchgeführt bei  
**Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Bernhard Lendl**

Verfasser des Protokolls: **Gwendolin Korinek 0625083 & Daniel Bomze 0726183**

Versuche durchgeführt am 15.12.2009

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Theoretischer Teil</b>	<b>3</b>
1.1	Aufgabenstellung . . . . .	3
1.2	Theoretischer Hintergrund . . . . .	3
1.2.1	Was ist Infrarotspektroskopie? . . . . .	3
1.2.2	Notwendige Geräte für eine IR-Messung . . . . .	3
1.2.3	Fourier-Transformation (FTIR) . . . . .	4
1.2.4	ATR - Abgeschwächte Totalreflexion . . . . .	4
1.2.5	Lambert-Beersches Gesetz . . . . .	5
1.3	Versuchsaufbau und Geräte . . . . .	5
<b>2</b>	<b>Praktischer Teil</b>	<b>6</b>
2.1	Bestimmung der Konzentration von Fructose, Glucose und Saccharose . .	6
2.1.1	Herstellung der Standardlösungen . . . . .	6
2.1.2	Vermessung der Standardlösungen . . . . .	7
2.1.3	Vermessung der Probe . . . . .	9
2.1.4	Fehlerbetrachtung . . . . .	9
2.2	Qualitative Analyse von 6 Proben . . . . .	10
2.2.1	Probe A . . . . .	10
2.2.2	Probe B . . . . .	11
2.2.3	Probe C . . . . .	13
2.2.4	Probe D . . . . .	15
2.2.5	Probe E . . . . .	16
2.2.6	Probe F . . . . .	18
2.2.7	Fehlerbetrachtung . . . . .	19
<b>3</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>20</b>
<b>4</b>	<b>Anhang</b>	<b>21</b>
4.1	Nujol-Schwingungen . . . . .	21

# 1 Theoretischer Teil

## 1.1 Aufgabenstellung

Die Aufgaben dieses Versuchs gliedern sich in zwei Teile. Erstens sollten Spektren von sechs verschiedenen Substanzen aufgenommen werden und diese auf Grund ihrer Spektren identifiziert werden. Dazu waren die Namen der 6 Proben bekannt, jedoch nicht welcher Name zu welcher Probe gehört.

Im zweiten Teil sollten die Konzentrationen von Glucose, Fructose und Saccharose nebeneinander in einer Lösung gemessen werden. Dazu war eine multivariante Kalibration notwendig, die dafür erstellt worden ist.

## 1.2 Theoretischer Hintergrund

### 1.2.1 Was ist Infrarotspektroskopie?

Wird ein Analyt infraroter Strahlung ausgesetzt so ändern sich dadurch seine Rotations- und Schwingungsenergien. Voraussetzung für die Messbarkeit mittels IR ist eine Änderung des Dipolmomentes des Probenmoleküls. Dazu wird ein Teil der eingestrahlten Lichtenergie absorbiert was in einer Intensitätsverminderung des Strahls nach der Probe im Vergleich zur Intensität des Strahls vor der Probe resultiert. In Abhängigkeit der Intensität der Absorption und der Wellenlänge bei der absorbiert wird, kann auf die Zusammensetzung bzw. auf die Konzentration der Probe geschossen werden.

Die Wellenlänge bei der Moleküle absorbieren ist abhängig von der Stärke der Bindung. Je stärker die Bindung desto mehr Energie ist notwendig um eine Schwingung oder Rotation anzuregen. Da die Wellenlänge umgekehrt proportional zur Frequenz (=Energie) der Strahlung ist, kann man sagen, dass je stärker die Bindung ist desto niedriger die Wellenlänge ist, die absorbiert wird.

### 1.2.2 Notwendige Geräte für eine IR-Messung

Folgende Komponenten sind unbedingt für eine Messung eines IR-Spektrums einer Probe notwendig

- IR-Licht-Quelle
- Monochromator

- Probengefäß (Küvette)
- Detektor

Der Lichtstrahl kann sowohl vor als auch nach der Probe monochromatisiert werden. Es gibt dabei Ausführungen als Ein- oder Zweistrahl-Photometer. Je nachdem um welches es sich handelt, muss die Messung des Messhintergrundes vor der Messung statt finden oder findet ständig, auch während der Messung der Probe, statt. Beim Zweistrahl-Photometer benötigt man zusätzlich einen Strahlteiler.

### 1.2.3 Fourier-Transformation (FTIR)

Der große Nachteil klassischer Photometer ist die Dauer der Messung, da jede Wellenlänge einzeln gemessen werden muss. Das kann in Abhängigkeit des Wellenlängenbereichs der vermessen wird lange dauern. Mittels Fourier-Transformation können alle Wellenlängen simultan vermessen werden, was zu einer viel kürzeren Messdauer und bei gleicher Messdauer zu einer deutlich verbesserten Signal-to-Noise-Ratio führt. Bei der Fourier-Transformation-Infrarotspektroskopie wird der Lichtstrahl an einem halbdurchlässigen Spiegel in 2 Strahlen aufgeteilt. Einer davon wird zu einem fixen Spiegel gesandt, der andere zu einem beweglichen Spiegel. Durch die Reflexion an den Spiegeln werden beide Lichtstrahlen wieder zusammengeführt und anschließend gelangen sie zum Detektor. Je nach Stellung des beweglichen Spiegels kommt es zur konstruktiven oder destruktiven Interferenz zwischen den beiden Lichtstrahlen. Aus dem Interferogramm kann mit Hilfe der Fourier-Transformation dann ein Spektrum errechnet werden.

### 1.2.4 ATR - Abgeschwächte Totalreflexion

Beim Verfahren der abgeschwächten Totalreflexion kommt das Phänomen zu tragen, dass ein total reflektierter Strahl hinter der Reflexionsebene eine Welle bildet, die mit der dortigen Materie in Wechselwirkung tritt. Dadurch wird das Licht im Lichtleiter (in dem die Totalreflexion statt findet) abgeschwächt. Diese Abschwächung kann analog zur normalen Infrarotspektroskopie gemessen werden. Als Reflexionsmedium werden meist ATR-Kristalle verwendet in denen der Lichtstrahl einige Male total reflektiert wird. Der Vorteil der ATR-Methode ist die einfache Anwendung und die geringen Anforderungen an die Probe. Als Nachteil kann man nennen, dass nur die Oberfläche der Probe untersucht wird, da die Eindringtiefe sehr gering ist, die Informationsgewinnung daher auf die Oberfläche beschränkt ist.

Mittels der ATR-Methode können sowohl feste als auch flüssige Proben vermessen werden. Typische Materialien für ATR-Kristalle sind Zinkselenid, Germanium, Silicium und Diamant. Welches Material gewählt wird hängt von dem Wellenlängenbereich, den man vermessen will, und der Probe ab. Dabei muss darauf geachtet werden, dass der ATR-Kristall durch die Probe oder das Lösungsmittel nicht zerstört oder verändert wird.

Weiters ist zu beachten, dass bei ATR die Absorptionsbanden für kleinere Wellenzahlen breiter und intensiver werden als bei vergleichbaren normalen IR-Spektren.

### 1.2.5 Lambert-Beersches Gesetz

Das Lambert-Beersche Gesetz beschreibt die Abhängigkeit der Extinktion von der Probe selbst, der Probenkonzentration sowie der Schichtdicke der Probe. Bei bekannter Probe und bekannter Schichtdicke kann daher von der Extinktion auf die Konzentration geschlossen werden. Die Formel dafür lautet:

$$E_{\lambda} = \log \left( \frac{I_0}{I} \right) = \varepsilon \cdot c \cdot d$$

Dabei steht  $E_{\lambda}$  für die Extinktion [ ],  $I_0$  für die Intensität des nicht geschwächten Lichtstrahls (blank Probe) [ ],  $I$  für die Intensität des abegschwächten Lichtstrahls (Probe) [ ],  $\varepsilon$  steht für den molaren Extinktionskoeffizienten [L/(mol \* cm)],  $c$  steht für die Konzentration der Probe [mol/L] und  $d$  steht für die Schichtdicke der Probe [cm].

Das Lambert-Beersche Gesetz ist jedoch nur bei gewissen Einschränkungen gültig, da die Extinktion anderenfalls nicht linear verläuft. Es ist daher nur anzuwenden, wenn folgende Punkte erfüllt sind

- Klare Lösung (verhindert Abschwächung des Lichtes an unlöslichen Teilen der Lösung)
- geringe Analytkonzentration (verhindert Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Analytmolekülen)
- Lösungsmittel, sofern vorhanden, darf den Analyten nicht entscheidend verändern
- keine Änderung des Solvatationszustandes während der Messung

## 1.3 Versuchsaufbau und Geräte

Für die hier durchgeführten Untersuchungen wurde mit einem *Bruker IR-cube mit Diamant 3-fach Reflexions ATR-Messeinheit und MCT Detektor* gearbeitet. Da es sich bei dem MCT (Mercury-Cadmium-Telluride) Detektor um einen Halbleiterdetektor handelt, muss dieser mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden.

## 2 Praktischer Teil

### 2.1 Bestimmung der Konzentration von Fructose, Glucose und Saccharose

#### 2.1.1 Herstellung der Standardlösungen

Mit der Herstellung der Standardlösungen wurde rasch begonnen, da sich aufgrund der Mutarotation von Glucose in den hergestellten Standardlösungen erst ein Gleichgewicht einstellen musste, bevor die hergestellten Lösungen vermessen wurden. Zur Bestimmung der Konzentration der unbekannt Probe wurden acht verschiedene Standardlösungen hergestellt.

Standard	Glucose [g/L]	Saccharose [g/L]	Fructose [g/L]
1	2	2	2
2	2	20	2
3	2	2	20
4	20	2	2
5	2	20	20
6	20	20	2
7	20	2	20
8	20	20	20

Tabelle 2.1: Theoretische Konzentrationen der acht hergestellten Zucker-Standardlösungen

Für die Herstellung der Standardlösungen wurden jeweils 25 mL-Messkolben verwendet. Die gewünschte Menge an Zucker wurde eingewogen, anschließend sorgfältig mit destilliertem Wasser nachgespült und der Messkolben bis zur Marke aufgefüllt. Die Lösungen wurden sorgfältig homogenisiert. Für die weitere Ermittlung der gesuchten Konzentration mussten die tatsächlichen Einwaagen berücksichtigt und aus diesen Einwaagen auf die tatsächlichen Konzentrationen zurückgerechnet werden. Tabelle 2.2 führt die tatsächlichen Einwaagen sowie die tatsächlichen Konzentrationen der Standards an. Weiters wurden für die zu vermessende Probe Konzentrationen der Zucker gewählt, die innerhalb des Konzentrationsbereiches der Standards lagen. Die ausgewählten Konzentrationen lagen bei 6 g/L Glucose, 10 g/L Saccharose sowie 16 g/L Fructose. Die

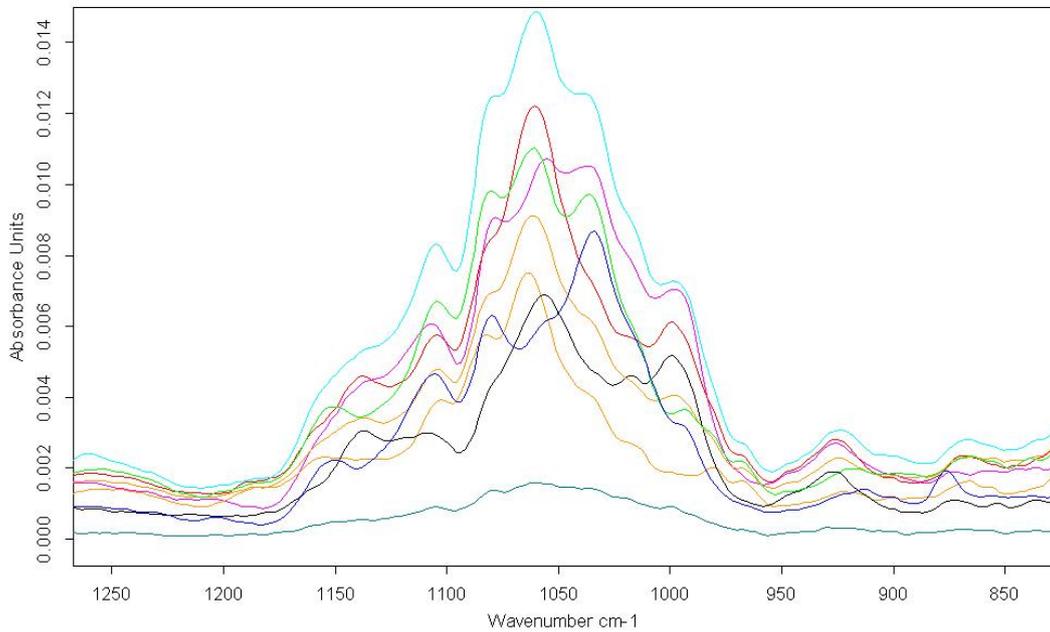
Std.	Einwaage [mg]			Konzentration [g/L]		
	Glucose	Saccharose	Fructose	Glu.	Sacc.	Fruc.
1	51,3	50,4	51,0	2,052	2,016	2,04
2	50,7	505,7	52,6	2,028	20,228	2,104
3	50,9	49,7	520,4	2,036	1,988	20,816
4	514,3	52,1	52,3	20,572	2,084	2,092
5	52,4	514,6	505,5	2,096	20,584	20,22
6	501,0	506,8	53,7	20,04	20,272	2,148
7	507,9	49,6	505,1	20,316	1,984	20,204
8	503,0	502,2	500,2	20,12	20,088	20,008
Probe	301,0	518,3	805,5	6,02	10,366	16,11

Tabelle 2.2: Reale Konzentrationen der Standards und der Probe

tatsächlichen Einwaagen und daraus resultierenden tatsächlichen Konzentrationen in g/L sind ebenfalls in Tabelle 2.2 aufgelistet.

### 2.1.2 Vermessung der Standardlösungen

Zur Erstellung der multivariaten Kalibration wurden die hergestellten Standardlösungen nacheinander vermessen und die tatsächliche Konzentration der Standards in die Software eingegeben.



D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 1.0	Standard 1	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 4.0	Standard 4	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 7.0	Standard 7	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 8.0	Standard 8	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Probe_Zuckerloesung II	Probe Zuckerloesung	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 2.0	Standard 2	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 4.0	Standard 4	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 5.0	Standard 5	15/12/2009
D:\Studentwsl\09\BomzeKorinek\Standard 6.0	Standard 6	15/12/2009

Seite 1 von 1

Abbildung 2.1: Die Spektren der Standardlösungen gleichzeitig dargestellt

Abbildung 2.1 zeigt die übereinandergelegten Spektren aller Standardlösungen. Daraus errechnete das Computerprogramm eine multivariante Kalibration mit folgenden Kennzahlen:

Komponente	$R^2$	RMSECV
Glucose	91,47	2,66
Fructose	97,73	1,37
Saccharose	97,07	1,56

Tabelle 2.3: Linearer Korrelationskoeffizient und RMSECV-Wert der Kalibration

<sup>0</sup>RMSECV - Root Mean Square Error of Cross Validation

### 2.1.3 Vermessung der Probe

Komponente	gemessene Konz. [g/L]	theoretische Konz. [g/L]	Fehler [%]
Glucose	5,45	6,02	9,47
Fructose	16,3	16,11	1,18
Saccharose	11,4	10,366	9,97

Tabelle 2.4: Ergebnis der quantitativen Messung der Zuckerlösungen

### 2.1.4 Fehlerbetrachtung

Da laut Anweisungen durch den Tutor stets die gleichen Pasteurpipetten für das Aufbringen der Lösungen auf den ATR-Kristall benutzt wurden, muss mit starker Verschmutzung gerechnet werden. Die Pasteurpipetten wurden zwischen jeder Probe mit destilliertem Wasser gewaschen, so gut es ging getrocknet und anschließend noch mit der aufzubringenden Lösung gespült, jedoch sind dadurch immer noch Verschmutzungen möglich, da die Konzentrationen teilweise sehr gering sind. Da die Pasteurpipetten mit destilliertem Wasser gewaschen wurden, kann dies zu einem Verdünnungsfehler geführt haben. Dies kann eine Ursache für die hohen RMSECV-Werte sowie die hohen Abweichungen des Messergebnisses von der tatsächlichen Konzentration sein.

## 2.2 Qualitative Analyse von 6 Proben

### 2.2.1 Probe A

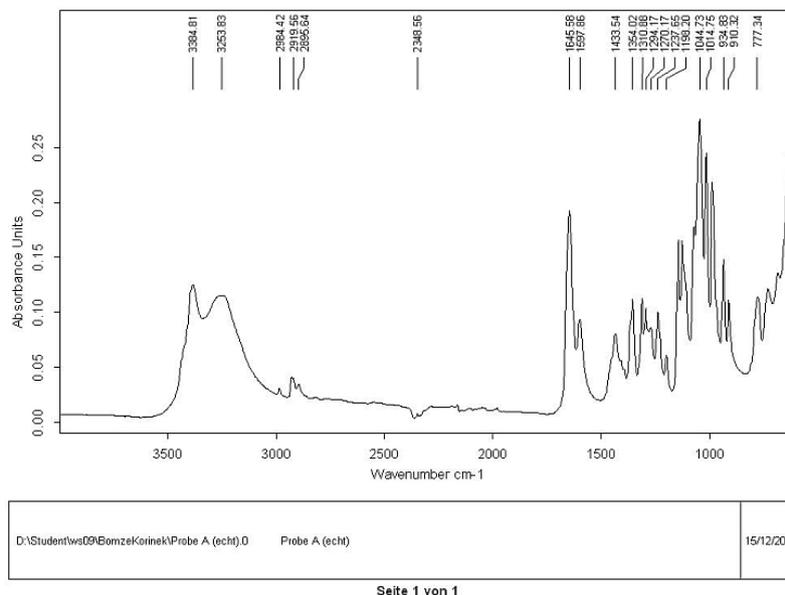


Abbildung 2.2: Spektrum der Probe A

#### Bei Probe A handelt es sich um Glucuronamid.

Der Peak bei  $3385\text{ cm}^{-1}$  stammt von einer N-H Streckschwingung. Der breite Peak bei  $3254\text{ cm}^{-1}$  ist auf O-H-Streckschwingungen zurückzuführen. Die Banden bei  $2984\text{ cm}^{-1}$ ,  $2920\text{ cm}^{-1}$  und  $2896\text{ cm}^{-1}$  sind wahrscheinlich durch C-H Streckschwingungen erklärbar. Bei  $1646\text{ cm}^{-1}$  sieht man eine C=O Streckschwingung. Die Bande bei  $1598\text{ cm}^{-1}$  deutet auf eine N-H Deformationsschwingung hin. Bei  $1434\text{ cm}^{-1}$ ,  $1354\text{ cm}^{-1}$  und  $1311\text{ cm}^{-1}$  sieht man vermutlich C-H Deformationsschwingungen jener C-Atome, an die die OH-Gruppen gebunden sind. Bei  $777\text{ cm}^{-1}$  könnte ebenfalls eine C-H Deformationsschwingung derselben C-Atome die Bande erzeugen. Da bei ca.  $3000\text{ cm}^{-1}$  kein großer Peak zu sehen ist, kann ausgeschlossen werden, dass die Verbindung einen Aromaten enthält.

Auch das Vergleichsspektrum <sup>1</sup> (Vgl. Abbildung 2.3) aus der Literatur bestätigt diese These.

<sup>1</sup>[http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)  
SDBS No.: 15418

# FT-Infrarotspektroskopie

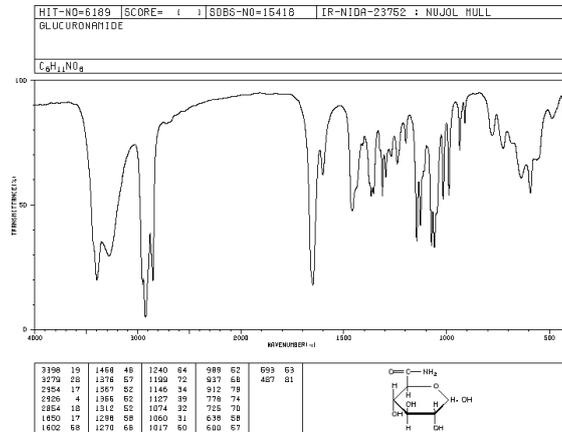


Abbildung 2.3: Literaturspektrum von Glucuronamid (Transmissionsspektrum)

## 2.2.2 Probe B

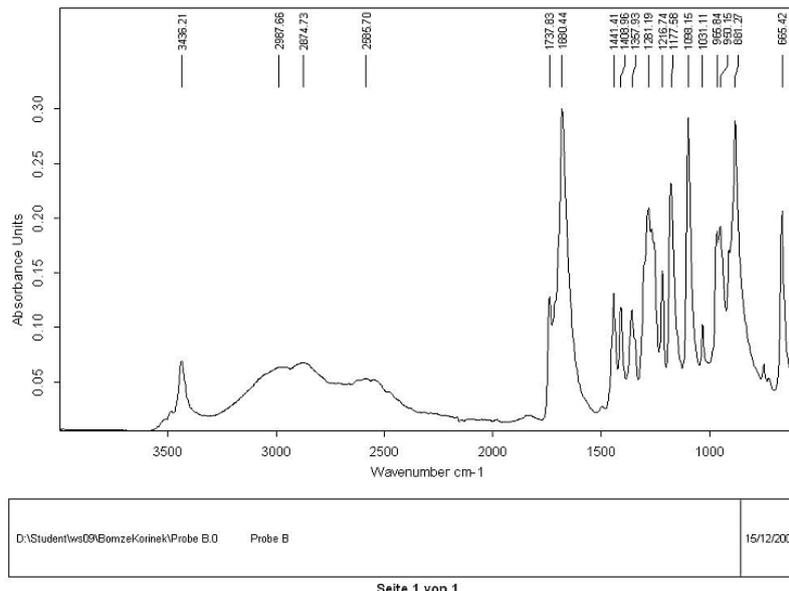


Abbildung 2.4: Spektrum der Probe B

**Probe B ist D,L-Äpfelsäure.**

Hier fällt sofort die sehr intensive Bande bei  $1680\text{ cm}^{-1}$  auf und weiters eine etwas schwächere Bande bei  $1738\text{ cm}^{-1}$ . Erstere kann als C=O Streckschwingung identifiziert

werden, zweitens vermutlich ebenfalls. Es wird vermutet, dass hier zwei Banden auftreten, da die unmittelbare Umgebung der C=O Bindungen sich auf deren Banden auswirkt und bei einer C=O Bindung eine OH-Gruppe am benachbarten C-Atom zu finden ist, was bei der anderen C=O Bindung nicht der Fall ist. Es wird vermutet, dass die Bande bei  $1738\text{ cm}^{-1}$  dem Carboxyl-C-Atoms mit benachbarter  $\text{CH}_2$ -Gruppe und jene bei  $1680\text{ cm}^{-1}$  jenem mit benachbarter CH-OH-Gruppe zugeordnet werden kann. Weiters sticht eine sehr breite Bande im Bereich von ca.  $2500\text{ cm}^{-1}$  bis ca.  $3200\text{ cm}^{-1}$  ins Auge, wie sie für Carbonsäuren typisch ist. Sie kommt durch OH-Streckschwingungen zustande. Die in der vorliegenden Probe beobachtete Bande hat drei Maxima bei ca.  $2988\text{ cm}^{-1}$ ,  $2875\text{ cm}^{-1}$  sowie  $2586\text{ cm}^{-1}$ . Ein scharfer Peak bei  $3436\text{ cm}^{-1}$  könnte auf die Hydroxylgruppe am  $\text{C}_2$ -Atom zurückzuführen sein. Dagegen spricht, dass die in diesem Wellenzahlenbereich beobachteten OH-Streckschwingungen normalerweise eher breit ausfallen. Eine weitere Möglichkeit wäre, dass es sich um einen Oberton einer C=O Streckschwingung handelt, jedoch wäre das beobachtete Signal in diesem Fall vermutlich schwächer. Die Bande bei  $1441\text{ cm}^{-1}$  könnte eine  $\text{CH}_2$ -Deformationsschwingung sein. Bei  $1409\text{ cm}^{-1}$  ist wahrscheinlich eine C-O-H Beugungsschwingung zu sehen. Die Bande bei  $1358\text{ cm}^{-1}$  ist möglicherweise eine O-H in-plane Beugungsschwingung. Bei  $1281$  und  $1217\text{ cm}^{-1}$  tritt je eine Bande auf, diese könnten O-C Streckschwingungen der Carboxylgruppen sein. Bei  $1178\text{ cm}^{-1}$  könnte eine O-C Streckschwingung der Hydroxylgruppe vorliegen. Ein Peak bei  $665\text{ cm}^{-1}$  deutet auf eine out-of-plane OH-Beugungsschwingung hin. Besonders sticht auch noch der Peak bei  $881\text{ cm}^{-1}$  heraus. Bei ca.  $875$  bis  $955\text{ cm}^{-1}$  werden out-of-plane O-H Deformationsschwingungen gefunden, allerdings sind diese Banden normalerweise breit, was gegen eine Zuordnung spricht. Die Peaks bei  $950\text{ cm}^{-1}$  und eventuell auch bei  $967\text{ cm}^{-1}$  würden ebenfalls (annähernd) in diesen Bereich fallen. Das Literaturspektrum<sup>2</sup> (Vgl. Abbildung 2.5) bestätigt die oben genannten Annahmen, dass es sich bei der hier untersuchten Probe um Apfelsäure handelt.

---

<sup>2</sup>[http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)  
SDBS No.: 1611



der Äpfelsäure ist ein scharfer Peak bei  $3441\text{ cm}^{-1}$  beobachtbar. Wieder wird vermutet, dass dieser Peak O-H Streckschwingungen zugeordnet werden kann. Auch die breite Bande mit einem kleineren Maximum bei  $3351\text{ cm}^{-1}$  und einem etwas größeren Maximum bei  $3284\text{ cm}^{-1}$  ist auf OH-Streckschwingungen zurückzuführen. Bei etwa  $3000\text{ cm}^{-1}$  sind ein paar kleinere Peaks zu finden ( $2910\text{ cm}^{-1}$ ,  $2945\text{ cm}^{-1}$ ,  $2972\text{ cm}^{-1}$  sowie  $3013\text{ cm}^{-1}$ , wobei die zwei letztgenannten sehr schwach sind), die vermutlich auf Streckschwingungen der  $CH_2$ -Gruppen hinweisen. Auffallend ist, dass die nächsten Banden erst ab  $1424\text{ cm}^{-1}$  auftreten. Die Banden bei  $1424$  und  $1365\text{ cm}^{-1}$  könnten auf  $CH_2$ -Deformationsschwingungen zurückzuführen sein, jedoch würden in diesem Bereich sowie für den Peak bei  $1340\text{ cm}^{-1}$  auch in-plane OH-Beugungsschwingungen gefunden werden. Der Peak bei  $1340\text{ cm}^{-1}$  sowie die beiden folgenden Peaks bei  $1309$  und  $1264\text{ cm}^{-1}$  können möglicherweise CH-Deformationsschwingungen von C-Atomen mit je einer OH-Gruppe bedeuten. Die folgenden Peaks von  $1207\text{ cm}^{-1}$  bis  $988\text{ cm}^{-1}$  könnten durch C-O Streckschwingungen erklärt werden. Für Wellenzahlen von  $960\text{-}730\text{ cm}^{-1}$  weisen Kohlenhydrate C-H Deformationsschwingungen auf, dies könnte demnach die Banden bei  $943$ ,  $903$ ,  $834$  und  $805\text{ cm}^{-1}$  erklären. Die Bande bei  $707\text{ cm}^{-1}$  kann entweder auf eine rocking  $CH_2$ -Schwingung oder eine out-of-plane OH-Beugungsschwingung hinweisen. Letztere kann auch die Bande bei  $683\text{ cm}^{-1}$  erklären. Das Literaturspektrum<sup>3</sup> (Vgl. Abbildung 2.7) stimmt größtenteils gut mit dem gemessenen Spektrum überein. Peaks die im Literaturspektrum vorhanden sind, im gemessenen aber nicht dürften erneut auf die Schwingungen von Nujol zurückzuführen zu sein.

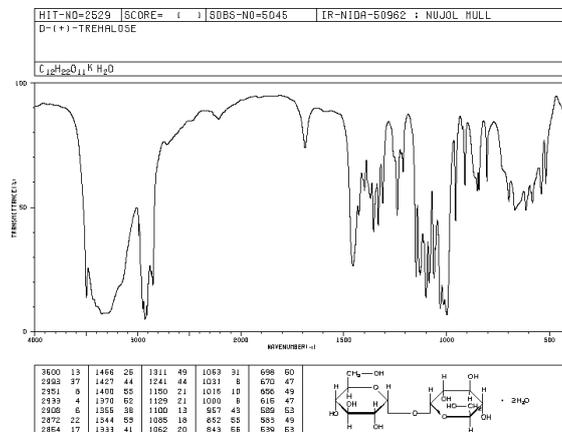


Abbildung 2.7: Literaturspektrum von D-(+)-Trehalose (Transmissionsspektrum)

<sup>3</sup>[http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)  
SDBS No.: 5045

### 2.2.4 Probe D

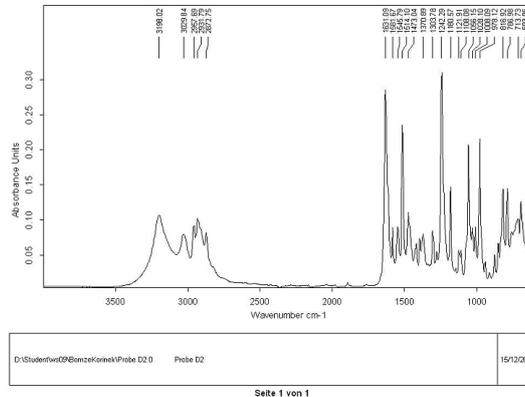


Abbildung 2.8: Spektrum der Probe D

Nachdem bereits alle anderen Proben identifiziert worden waren, konnte davon ausgegangen werden, dass es sich bei Probe D nur noch um Bufexamac (4-Butoxy-N-hydroxyphenylacetamid) handeln konnte. Dies wird unter anderem durch den Peak bei  $3028\text{ cm}^{-1}$  bestätigt, der für Aromaten typisch ist. Die Bande bei  $3198\text{ cm}^{-1}$  stammt vermutlich von der freien OH-Gruppe. Eine N-H Streckschwingung sollte ebenfalls zu sehen sein. Da diese aber oft nur eher schwach ist, ist anzunehmen, dass diese möglicherweise von der O-H Bande überlagert wurde. Die drei Signale bei  $2957$ ,  $2932$  sowie  $2873\text{ cm}^{-1}$  sind wahrscheinlich  $\text{CH}_2$  und  $\text{CH}_3$  Streckschwingungen der Butylkette zuzuordnen.

Ähnlich wie bei Probe C sind die nächsten Banden erst ab ca.  $1630\text{ cm}^{-1}$  zu finden. Da in diesem Bereich sehr viele Banden auftreten, soll hier nur auf die fünf intensivsten Banden eingegangen werden. Der Peak bei  $1631\text{ cm}^{-1}$  stammt wahrscheinlich von einer C=O Streckschwingung. Bei  $1514\text{ cm}^{-1}$  ist vermutlich eine N-H II Bande zu finden. Der Peak bei  $1243\text{ cm}^{-1}$  könnte durch die C-O Streckschwingung des Ethers erklärt werden. Bei  $1066\text{ cm}^{-1}$  findet man eine Bande, die entweder durch die C-O Streckschwingung des primären Alkohols oder auch durch die symmetrische Streckschwingung des Alkyl-Aryl-Ethers zustande kommen kann. Ein weiterer recht intensiver Peak ist bei  $978\text{ cm}^{-1}$  zu finden, dieser könnte ebenfalls von einer C-O Streckschwingung des Alkohols stammen.

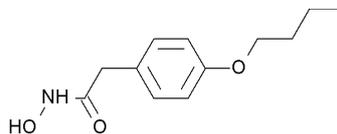


Abbildung 2.9: Strukturformel von Bufexamac (4-Butoxy-N-hydroxyphenylacetamid)

Für die Substanz Bufexamac (4-Butoxy-N-hydroxyphenylacetamid) konnte kein Vergleichsspektrum gefunden werden.

### 2.2.5 Probe E

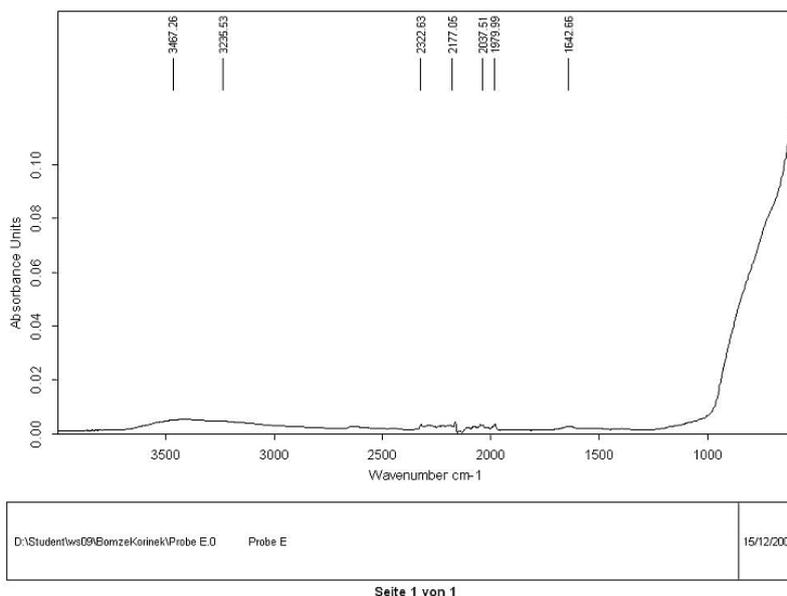


Abbildung 2.10: Spektrum der Probe E

#### Probe E wurde als Aluminiumoxid identifiziert.

In diesem Spektrum ist auffallend, dass bei für organische Substanzen charakteristischen Wellenlängen nur Signale mit sehr geringen Intensitäten gemessen wurden, sowie der steil ansteigende Peak ab  $1000\text{ cm}^{-1}$  hin zu niedrigeren Wellenzahlen. Dieser Peak wurde in ähnlicher Form in einem Spektrum aus der Literatur gefunden. Da die gemessene Frequenz und die reduzierte Masse der schwingenden Atome zueinander indirekt proportional sind und Aluminium ein höheres Molekulargewicht besitzt, wird angenommen, dass wichtige, für Aluminiumoxid charakteristische Banden in Richtung niedrigerer Frequenzen und somit Wellenzahlen verschoben sind, welche im gewählten Messbereich nicht detektiert werden konnten. Da die anderen gemessenen Peaks bei  $3467\text{ cm}^{-1}$ ,  $3233\text{ cm}^{-1}$ ,  $1980\text{ cm}^{-1}$  und  $1643\text{ cm}^{-1}$  sehr schwache Intensitäten besitzen, ist es schwer, hier über diese Banden zuverlässige Aussagen zu treffen.

Das Literaturspektrum<sup>4</sup> (Vgl. Abbildung 2.11) weicht vom gemessenen Spektrum ab. Die

<sup>4</sup>[http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)  
SDBS No.: 40046

Abweichungen liegen an der unterschiedlichen Messmethode. Das hier erstellte Spektrum wurde mittels ATR-Technik gemessen, das Literaturspektrum mittels herkömmlicher IR-Spektroskopie in einer Nujol-Suspension. Die im Referenzspektrum auftretenden Banden, welche oberhalb von  $1000\text{ cm}^{-1}$  auftreten lassen sich alle auf Schwingungen vom Nujol zurückführen.

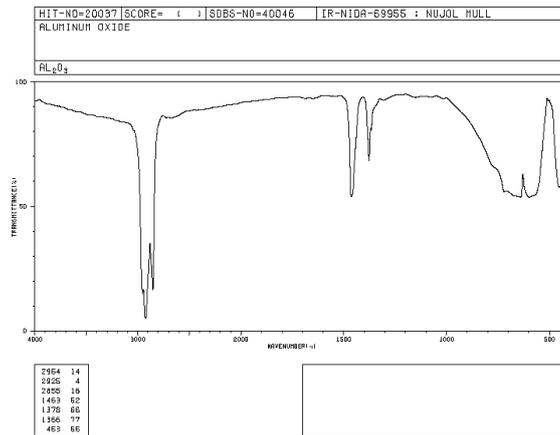


Abbildung 2.11: Literaturspektrum von Aluminiumoxid (Transmissionspektrum)

## 2.2.6 Probe F

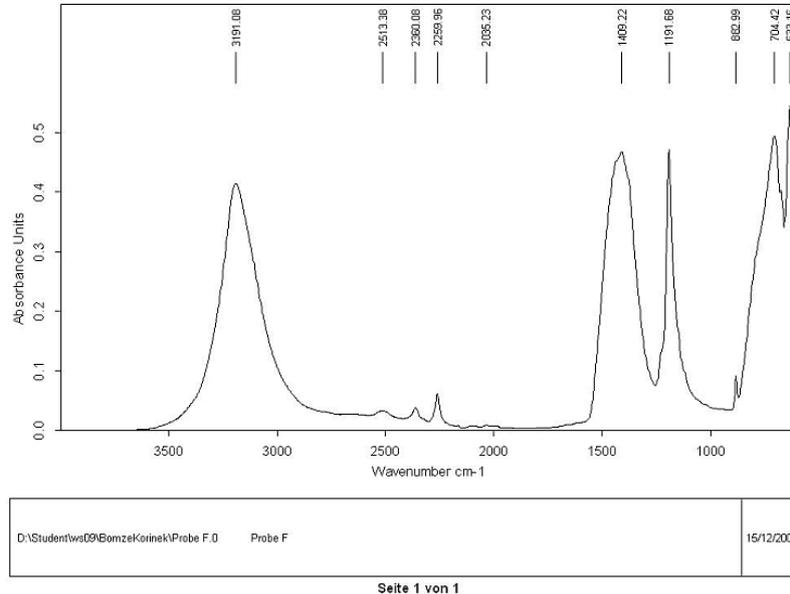


Abbildung 2.12: Spektrum der Probe F

### Probe F ist Borsäure.

Dieses Spektrum sticht aufgrund der Form seiner Banden besonders heraus und es ist beim Vergleich mit Spektren aus der Literatur klar ersichtlich, dass es sich hier um Borsäure handelt. Besonders auffällig sind die Peaks bei  $3191\text{ cm}^{-1}$ ,  $1409\text{ cm}^{-1}$ ,  $1192\text{ cm}^{-1}$ ,  $704\text{ cm}^{-1}$  sowie  $633\text{ cm}^{-1}$ , die alle in etwa eine ähnliche Intensität besitzen. Der Peak bei  $3191\text{ cm}^{-1}$  kommt wahrscheinlich von O-H Streckschwingungen. Bei  $1409\text{ cm}^{-1}$  sind vermutlich in-plane O-H Deformationsschwingungen, bei  $704\text{ cm}^{-1}$  out-of-plane O-H Deformationsschwingungen zu finden. Bei  $663\text{ cm}^{-1}$  könnten ebenfalls out-of-plane O-H Deformationsschwingungen zu sehen sein, jedoch muss der Peak mit Vorsicht betrachtet werden, da er sich am Rande des Messbereiches befindet. Der Peak bei  $1191\text{ cm}^{-1}$  könnte durch eine B-O Streckschwingung erklärt werden.

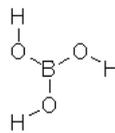


Abbildung 2.13: Strukturformel von Borsäure

Das Literaturspektrum<sup>5</sup> (Vgl. Abbildung 2.14) entspricht sehr genau dem hier gemessenen Spektrum was die Vermutung, dass es sich bei dieser Probe um Borsäure handelt bestätigt.

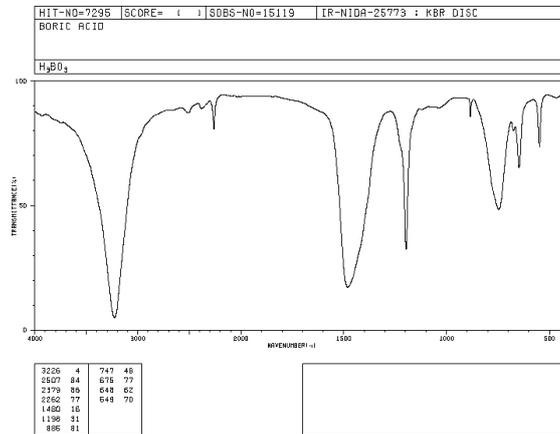


Abbildung 2.14: Literaturspektrum von Borsäure (Transmissionsspektrum)

### 2.2.7 Fehlerbetrachtung

Es wurde darauf geachtet, die ATR-Messeinheit sorgfältig mit Papier zu putzen, jedoch können Pulverpartikel haften geblieben und es hierdurch zu Verunreinigungen gekommen sein. Dadurch könnten Banden im Spektrum auftreten, die zu einer der Substanzen der vorherigen Messungen gehören.

<sup>5</sup>[http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)  
SDBS No.: 15119

### 3 Zusammenfassung

Tabelle 3.1 gibt eine Übersicht über das Ergebnis der qualitativen Analyse der sechs unbekannt Proben.

Probe	Substanz
A	Glucuronamid
B	D,L-Äpfelsäure
C	Trehalose
D	Bufexamac
E	Aluminiumoxid
F	Borsäure

Tabelle 3.1: Ergebnisse der qualitativen Analyse

Tabelle 3.2 fasst die Ergebnisse der quantitativen Analyse der Zucker-Lösung zusammen.

Komponente	gemessene Konz. [g/L]	theoretische Konz. [g/L]	Fehler [%]
Glucose	5,45	6,02	9,47
Fructose	16,3	16,11	1,18
Saccharose	11,4	10,366	9,97

Tabelle 3.2: Ergebnis der quantitativen Messung der Zuckerlösungen

Laut betreuender Tutorin können normalerweise weitaus niedrigere RMSECV-Werte erzielt und somit deutlich bessere Messergebnisse erhalten werden. Die IR-Analyse mittels multivarianter Kalibration ist daher ein gutes, rasches Verfahren zur simultanen qualitativen Analyse mehrerer Komponenten einer Lösung.

## 4 Anhang

### 4.1 Nujol-Schwingungen

Die Absorptionsbanden von Nujol liegen zwischen 2950-2750(s)  $cm^{-1}$ , 1465-1450(m)  $cm^{-1}$ , 1380-1370(m)  $cm^{-1}$  und 620(w)  $cm^{-1}$ . Diese werden durch  $CH_2$ - und  $CH_3$ -Schwingungen verursacht. Hierbei steht m für eine Bande mit mittlerer Intensität, w für eine Bande mit schwacher Intensität und s für eine Bande mit starker Intensität.