

Übungen zur Instrumentellen Analytik

SS09 / Blatt 1

1. Wie viele Schwingungsgrundmoden besitzt HCN? Sagen Sie voraus, welche dieser Moden infrarot-aktiv sein wird.

2. Die Schwingungsgrundfrequenz von HF tritt bei 3958 cm^{-1} auf.

a) Verwenden Sie das Modell des harmonischen Oszillators, um die Auslenkung und den maximalen Abstand zwischen zwei Kernen zu berechnen, der mit dieser Schwingung des Moleküls verknüpft ist (Gleichgewichtsabstand $0,0917\text{ nm}$).

b) Wie stellt sich die Maximalamplitude dieser Schwingung im Vergleich zum internuklearen Gleichgewichtsabstand von HF dar?

3. Das Infrarotspektrum von ^{12}CO zeigt ein Schwingungsabsorptionssignal bei 2170 cm^{-1} .

a) Wie groß ist die Kraftkonstante der CO-Bindung?

b) Bei welcher Wellenzahl würde das entsprechende Signal für ^{14}C auftreten?

4. Geben Sie an, welche der folgenden Schwingungen im Infrarot-Spektrum aktiv bzw. inaktiv ist.

	Molekül Bewegung
a) $\text{CH}_3\text{-CH}_3$	C-C-Streckung
b) $\text{CH}_3\text{-CCl}_3$	C-C-Streckung
c) CO_2	symmetrische Streckung
d) SO_2	symmetrische Streckung

5. Die Wellenlänge der O-H-Streckgrundschwingung beträgt etwa $1,40\text{ }\mu\text{m}$. Wie groß sind die ungefähre Wellenzahl und Wellenlänge des ersten Obertonsignals der O-H-Streckschwingung?

6. Eine leere Zelle zeigte 9,5 Interferenzsignale im Bereich von 1250 bis 1480 cm^{-1} . Wie groß ist die Weglänge in der Zelle?

7. Das stärkste Infrarot-Signal von Cyclohexanon tritt bei $5,86\text{ }\mu\text{m}$ auf; diese Wellenlänge liegt im linearen Bereich für Extinktion E in Abhängigkeit von der Konzentration.

a) Identifizieren Sie den Teil des Moleküls, der für die Absorption bei dieser Wellenlänge verantwortlich ist.

b) Schlagen Sie ein Solvens vor, das bei dieser Wellenlänge zur quantitativen Analyse von Cyclohexanon geeignet ist.

c) Eine Cyclohexanonlösung ($2,00\text{ mg/mL}$) mit dem in (b) ausgewählten Lösungsmittel zeigt bei Verwendung einer Zelle mit einer Weglänge von $0,025\text{ mm}$ eine Extinktion von $0,40$. Wo liegt unter diesen Bedingungen die Nachweisgrenze für diese Verbindung, wenn das mit dem Spektrum des Lösungsmittels verbundene Rauschen $0,001$ Einheiten der Extinktion beträgt?

Übungen zur Instrumentellen Analytik

SS09 / Blatt 2

1. In der instrumentellen Analytik gilt der Grundsatz:

„Erhöhung des Auflösungsvermögens verringert die Empfindlichkeit“ (und umgekehrt)

- Erläutern Sie diesen Grundsatz am Beispiel eines Gittermonochromators.
- Warum gilt dieser Grundsatz für die FTIR-Spektrometrie nicht?

2. a) In ein Michelson-Interferometer werden zwei nahe beieinander liegende Wellenzahlen eingestrahlt. Skizzieren Sie die Intensität am Detektor als Funktion der Spiegelstellung! Tragen Sie die Strecke ein, die der Spiegel zurücklegen muss, um diese beiden Wellenzahlen auflösen zu können!

b) Wie lange muss der Spiegelweg in einem FTIR-Spektrometer sein, um eine Auflösung von $0,1 \text{ cm}^{-1}$ zu erreichen?

3. Wie funktioniert ein pyroelektrischer Detektor? In welchen Spektralbereichen wird er verwendet?

4. a) Was ist die Funktion einer Ulbricht-Kugel?

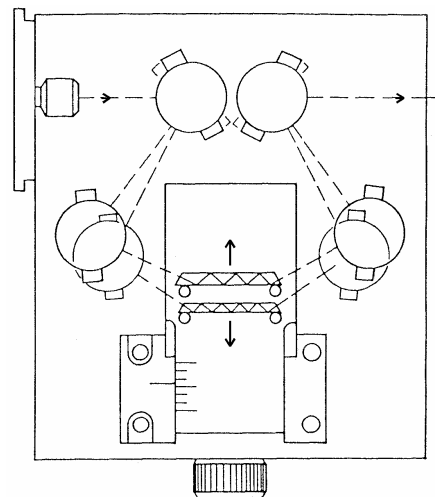
b) Mittels NIR-Spektrometrie soll der Lignin-Gehalt als Maß für den Holzanteil in historischen Papieren bestimmt werden. Beschreiben Sie kurz eine geeignete zerstörungsfreie Methode.

c) Welchen Sachverhalt beschreibt die Kubelka-Munk-Funktion?

5. Die photoakustische Spektrometrie bietet die Möglichkeit, Konzentrations-Tiefenprofile aufzunehmen. Was ist die physikalische Begründung?

6. a) Warum wird bei der Totalreflexion an einer Grenzfläche der reflektierte Strahl geschwächt, wenn das optisch dünnere Medium absorbiert?

b) Das Bild zeigt einen ATR-Zusatz, bei dem durch Höhenverstellung der ATR-Platte der Einfallswinkel des Lichtstrahls variiert werden kann. Ist es günstiger, die Platte möglichst weit nach oben oder nach unten zu verschieben? Begründung!



7. Im Streulicht einer Gaswolke, die mit 500 nm bestrahlt wird, findet

man eine Raman-Linie bei $518,5 \text{ nm}$. Folgende Moleküle kommen in Frage (in Klammern die Wellenzahlen der raman-aktiven Schwingungen): CO_2 (1286 cm^{-1}); CS_2 (656 cm^{-1}); HCN (713 cm^{-1}); H_2O (1596 cm^{-1});

a) Welche Verbindung ist in der Gaswolke vorhanden?

b) Bei welcher Wellenlänge muss eine zweite Raman-Linie im Streulichtspektrum auftreten?

Ist diese zweite Linie intensiver oder weniger intensiv als die erste? (Begründung!)