



TU Clausthal

Praktikum Organische Materialchemie

für Studierende der Energie und Materialphysik

Institut für Organische Chemie

Stand: 09/2021

Inhalt des Skriptes

Inhalt des Skriptes	2
1. Richtlinien und Inhalt des Praktikums.....	3
2. Stichpunkte Eingangskolloquium.....	5
3. Spektroskopische Methoden.....	6
3.1. Kernresonanzspektroskopie (NMR)	6
3.2. Massenspektrometrie.....	11
3.1. UV/Vis-Spektroskopie	19
3.2. Fluoreszenz-Spektroskopie	23
3.3. IR-Spektroskopie	26

1. Richtlinien und Inhalt des Praktikums

Im Rahmen des Praktikums werden vier organische Präparate synthetisiert und diese anschließend analytisch untersucht. Dabei stehen folgende Analysemethoden im Mittelpunkt: UV/Vis-, Fluoreszenz-, IR- und NMR-Spektroskopie sowie die Massenspektrometrie.

Vor Beginn des Blockpraktikums muss ein Eingangskolloquium beim betreuenden Assistenten abgelegt werden. In diesem Kolloquium werden vorwiegend Sicherheitsfragen zum chemischen Arbeiten im Labor sowie grundlegende organisch-chemische Kenntnisse diskutiert. Das Praktikum selbst ist in die folgenden thematischen Blöcke unterteilt:

- A. Ester und Amide
- B. Farbstoffe und Lumineszenz
- C. Organische Materialien und Prozesse

Es wird zu jedem Themenblock mindestens ein Präparat synthetisiert. Tabelle 1 gibt eine Übersicht über die möglichen Präparate. Parallel wird der theoretische Hintergrund der Synthese sowie die Theorie der anzuwendenden Analysemethoden vor Beginn der praktischen Arbeit mit den Assistenten im Rahmen eines Antestates diskutiert. Zu jedem Präparat ist vor Beginn der praktischen Arbeiten die Reaktionsgleichung zu erstellen sowie eine Betriebsanweisung anzufertigen und vom Assistenten durch Unterschrift zu bestätigen.

Fertige Präparate werden beim zuständigen Assistenten abgegeben. Ein auf dem Präparateglas angebrachtes Etikett enthält leserlich geschrieben die folgenden Angaben:

- Name des/der Studierenden und des Präparates
- Ausbeute
- physikalische Daten mit Vergleichsdaten aus der Literatur

Die Reinheitsanforderungen lauten: $n_D = \pm 0.001$; Smp ($\leq 100\text{ °C}$) $\pm 3\text{ °C}$, Smp ($\geq 100\text{ °C}$) $\pm 3\%$.

Die geforderte Ausbeute betragen $\geq 50\%$ der Literatursausbeute.

Hinweis: Muss der Brechungsindex auf 20 °C korrigiert werden, so steigt er in der vierten Nachkommastelle um 5 für jeden Grad zu viel bzw. sinkt um 5 für jeden Grad zu wenig.

Bsp.: $n_D^{24} = 1.5648 \approx n_D^{20} = 1.5668$; $n_D^{17} = 1.5648 \approx n_D^{20} = 1.5633$.

Tabelle 1: Präparateauswahl.

Präparat	Analysemethode
Themengebiet A: Ester und Amide	
Benzo Säuremethylester	NMR, IR, MS
Essigsäure- <i>n</i> -amylester	NMR, IR, MS
Adipinsäurediethylester	NMR, IR, MS
Benzylphosphonsäurediethylester	NMR, IR, MS
4-Acetylamino phenol (Paracetamol)	NMR, IR, MS
Themengebiet B: Farbstoffe und Lumineszenz	
Pararot	NMR, UV/Vis
Methylorange	NMR, UV/Vis
β -Naphtholorange	NMR, UV/Vis
Fluorescein	NMR, UV/Vis, Fluoreszenz
β -Binaphthol (Binol)	NMR, UV/Vis
Themengebiet C: Organische Materialien und Prozesse	
2-(2,4-Dinitrobenzyl)pyridin	NMR, IR, MS, UV/Vis
<i>trans</i> -Stilben	NMR, IR, MS, UV/Vis

2. Stichpunkte Eingangskolloquium

Sicherheit

- Laborkleidung
- Verhalten im Labor
- Sicherheitseinrichtungen
- Gefahrensymbole, H-, P-Sätze

Labortechnik

- Pumpenstand, Arten von Vakuumpumpen
- Aufbau Standardapparaturen (Destillationsapparatur, Rückflussapparatur..)
- Lösemittel
 - Arten von Lösemitteln (protisch, aprotisch, polar, unpolar)
 - Trocknen, Trockenmittel
 - Entsorgung
- Erhitzen, Kühlen
 - Heizmedien, Heizapparaturen
 - Kältemischungen, Kryostate
- Reinigung von Stoffen
 - Ausschütteln
 - Umkristallisieren
 - Destillieren (Normaldruck, Vakuum, Kolonnen, Wasserdampf)
 - Sublimieren
 - Bestimmung von Schmelzpunkt, Siedepunkt, Brechungsindex

Grundlagen

- Nomenklatur, Trivialnamen
- funktionelle Gruppen
- Bindungstheorien, Hybridisierungsarten
- Säure-, Base-Theorien (Lewis- und Brönstedt-Theorie)
- Katalyse, Katalysator, Aktivierungsenergie
- Gleichgewichtsreaktionen, Prinzip von Le Chatelier
- Definition eines aromatischen Systems
- Radikalische Substitution
 - Herstellung von Radikalen
 - Stabilität und Reaktivität von Radikalen
 - Initiatoren: BPO, AIBN
 - Radikalkettenreaktion (Start-, Fortpflanzungs- und Abbruchreaktion)
 - Radikalische Polymerisation (Start-, Wachstums- und Abbruchreaktion)
- Nukleophile Substitution
 - S_N1, S_N2 Mechanismen
 - Wann ist welcher Mechanismus bevorzugt?
 - Lösemittleffekte, Struktureffekte, Abgangsgruppen
 - Walden-Umkehr, Racemisierung, Inversion
 - Energieschemata
- Eliminierung
 - E₁- und E₂-Eliminierung
- Additionsreaktionen:
 - Elektrophile Addition
 - Radikalische Addition
- Elektrophile aromatische Substitution
 - Mechanismus (π -Komplex, σ -Komplex)
 - Substituenteneffekte
 - SSS und KKK Regel

3. Spektroskopische Methoden

3.1. Kernresonanzspektroskopie (NMR)

Die Kernresonanzspektroskopie (NMR, Nuclear Magnetic Resonance) ist eine Technik zur Bestimmung der Abfolge von Atomen und kovalenten Einfach- und Mehrfachbindungen innerhalb organischer Moleküle. Basierend auf der Resonanzanregung von Wasserstoffkernspins (^1H , „Protonen“) und Kohlenstoffkernen (das NMR-aktive Isotop ^{13}C) im homogenen Magnetfeld eines Supraleiter-Magneten (Abbildung 1) ergibt grundsätzlich jedes individuelle Atom des jeweiligen Analyten sein eigenes NMR-Signal.



Abbildung 1: 400-MHz NMR-Spektrometer der TU Clausthal.

Die Signalanzahl verringert sich jedoch, wenn magnetisch äquivalente Atome vorhanden sind. Beispielsweise sind die sechs ^1H -Atome in Dimethylether ($\text{H}_3\text{C-O-CH}_3$) und auch die beiden Kohlenstoffatome jeweils magnetisch äquivalent und zeigen dementsprechend jeweils nur ein Signal im ^1H - bzw. im ^{13}C -Spektrum. Wird diese Verbindung mit dem dazu isomeren Ethanol ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$) gleicher Bruttozusammensetzung $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ verglichen (Abbildung 2) spiegelt das ^1H -NMR wider, dass nur die drei Methylprotonen ($-\text{CH}_3$) untereinander und ebenso nur die

beiden Protonen innerhalb der Methylengruppe (-CH₂-) äquivalent sind. Es resultieren daher ein Signal für die CH₃-Protonen und ein weiteres für die beiden Methylenwasserstoffe (vgl. Abb. 3).

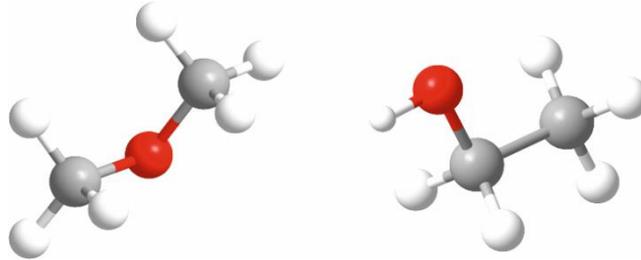


Abbildung 2: Isomere Verbindungen C₂H₆O – Bruttozusammensetzung vs. Molekülstruktur.
Dimethylether H₃C-O-CH₃ (links) und Ethanol CH₃-CH₂-OH (rechts).

Die Resonanzlagen der beiden Protonensignale des Ethanolgerüsts ergeben sich aus der individuellen elektronischen Umgebung der betrachteten ¹H-Kerne. Die beiden Protonen der Methylengruppe verarmen an Elektronendichte aufgrund des elektronenziehenden Effekts des an ihr Kohlenstoffatom gebundenen Sauerstoffatoms (hohe Elektronegativität). Die Folge ist ein Tieffeld-Shift (Synonym: Entschirmung) zu höheren δ-Werten chemischer Verschiebung (δ in geräteunabhängigen relativen Einheiten „ppm“). Die terminale Methylgruppe hingegen ist zu weit vom Sauerstoffatom entfernt, um durch dessen Elektronegativität entschirmt zu werden; sie befindet sich stattdessen im Abschirmungsbereich – weit rechts im Spektrum bei kleinen positiven Verschiebungswerten (Abbildung 3).

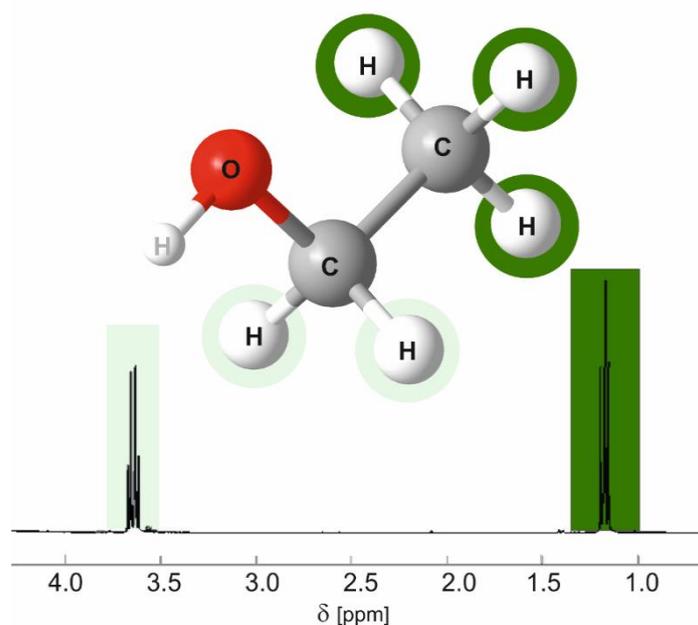


Abbildung 3: ¹H-NMR – Spektrum des Ethanols.

Neben häufig relevanten Elektronegativitätseffekten ergibt sich die chemische Verschiebung u. a. auch durch sog. Anisotropieeffekte, die zu charakteristischen Ungleichverteilungen der Elektronen führen. Dies bewirkt charakteristische Resonanzlagen der Atome. Durch aromatische Ringströme, die eine Feldverstärkung in der Aromatenebene hervorrufen, wird ein Tieffeld-Shift bewirkt. So sind z. B. die Wasserstoffe des Benzols auf Werte oberhalb von 7 ppm verschoben

Resonanzlage, Signalfläche und Signalaufspaltung im Protonenspektrum

Neben dem beschriebenen Aspekt der Resonanzlage beinhaltet ein Protonenspektrum zwei weitere Basisinformationen. Die Signalfläche ist proportional der Anzahl der Protonen, die dieses Signal hervorrufen, so dass ggf. eine erste Zuordnung „Integral=3“ zu Methyl (-CH₃), „Integral=2“ zu Methylen (-CH₂-) und „Integral=1“ zu Methin (CH) allein anhand der Signalfläche vorgenommen werden kann. Eine dritte Information resultiert aus einer etwaigen Aufspaltung einzelner Signale in Teillinien, die durch Spin,Spin-Kopplung zwischen nicht-äquivalenten H-Atomen hervorgerufen wird. Dabei gilt: Die Anzahl von am „Nachbar-C-Atom“ vorhandenen Wasserstoffatomen bestimmt die Anzahl der Teillinien („n+1 – Regel“):

Tabelle 2: Kopplungsaufspaltungen.

Anzahl benachbarter H-Atome	Linienanzahl	Signalintensität	Aufspaltung
0	1		Singulett
1	2	1:1	Dublett
2	3	1:2:1	Triplet
3	4	1:3:3:1	Quadruplett

Eine entsprechende Signalaufspaltung ist allerdings nur zu beobachten, wenn das eigentliche NMR-Signal (als Folge der Kernspinanregung) einer recht langsam abklingenden gedämpften Sinusschwingung entspricht (im Regelfall innerhalb von 2 s bis 7 s Dauer). Dieses Primärsignal wird als „Freie Abklingkurve“ (Free Induction Decay, FID) bezeichnet. Dessen anschließende Fourier-Transformation (FT) ergibt das eigentliche NMR-Signal bzw. das NMR-Spektrum (Abbildung 4).

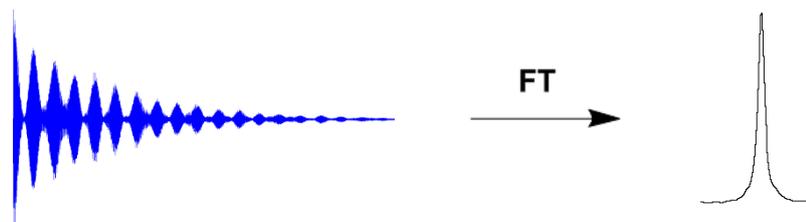


Abbildung 4: Fourier-Transformation des primären Signals (FID) in das eigentliche NMR-Spektrum.

Die Zusatzinformationen Signalfäche und Kopplungsaufspaltung in Teillinien und deren Bedeutung für die Strukturaufklärung werden durch das nachfolgende Protonenspektrum des Beispielmoleküls **2-Methylbutan-2-ol** illustriert (Abbildung 5).

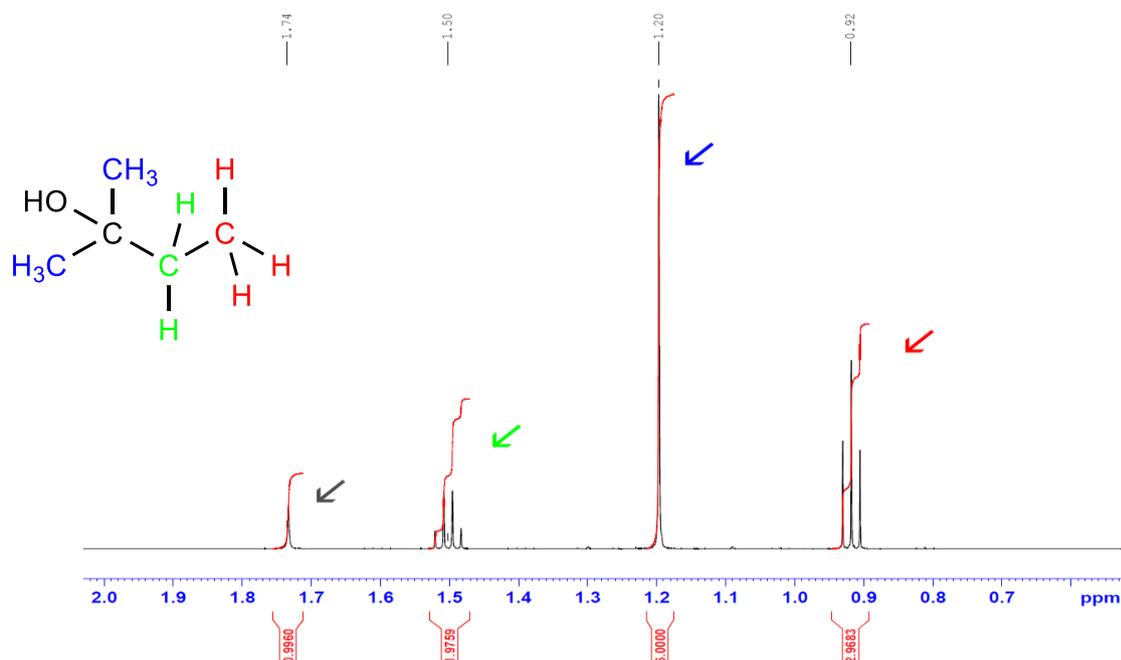


Abbildung 5: ^1H -NMR – Spektrum von 2-Methylbutan-2-ol und farbkodierte Signaluordnung.

Die NMR-Probe

Im Regelfall werden einige Milligramm des Analytmoleküls (bei Molgewichten oberhalb von etwa 500 g/mol auch mehr) in ca. 550 μL eines geeigneten NMR-Lösungsmittels in Präzisionsröhrchen für die NMR mit 5 mm Außendurchmesser und einer Länge von etwa 18 bis 21 cm gemessen. Das Lösungsmittel sollte keine Wasserstoffkerne „ ^1H “, sondern stattdessen „ ^2H “ (Deuterium) tragen, um selbst nicht zum ^1H -Spektrum beizutragen. Üblicherweise wird Deuteriochloroform (CDCl_3) eingesetzt. Der Deuteriumanteil dient zusätzlich dem „Lock“ und „Shim“ (siehe weiterführende Literatur), um konstante, optimierte Messbedingungen zu gewährleisten.

Die eigentliche Messung – NMR-Anregung

Die Kernspinanregung erfolgt mit langwelliger Strahlung im Frequenzbereich einiger 100 MHz. Übliche NMR-Spektrometer arbeiten mit etwa 400 bis 600 MHz für die ^1H -Anregung; die Basisfrequenz für die ^{13}C -Spektroskopie beträgt stets etwa $\frac{1}{4}$ der Protonenfrequenz, was auf den entsprechenden Quotienten der kernspezifischen gyromagnetischen Momente dieser beiden NMR-Kerne zurückzuführen ist. Der Messbereich im Falle der ^1H -NMR erstreckt sich über ca. 10 ppm chemische Verschiebung, während ^{13}C -Kerne, die nicht nur s-, sondern auch p-Elektronen besitzen, einen Resonanzbereich von etwa 200 ppm chemischer Verschiebung aufweisen. Generell muss ein Kernspin $I \neq 0$ vorhanden sein, damit es in einem homogenen Magnetfeld zur Besetzung unterschiedlicher Energieniveaus kommt, so dass das Einstrahlen der passenden Resonanzfrequenz ν (entsprechend $E = h \cdot \nu$) die NMR-Anregung hervorruft. Neben ^1H und ^{13}C mit einem Kernspin $I = \frac{1}{2}$ gibt es viele weitere NMR-aktive Kerne, z. B. ^{19}F und ^{31}P (ebenfalls mit $I = \frac{1}{2}$) sowie NMR-Kerne mit höherem Kernspin (z. B. ^{14}N mit $I = 1$), die sog. Quadrupol-Kerne mit ellipsoider statt sphärischer Ladungsverteilung. Im Regelfall ergeben nur Kerne mit Kernspinquantenzahlen $I = \frac{1}{2}$ ein langsames Abklingen des Primärsignals (FID) und daraus resultierend scharfe Signale im NMR-Spektrum. Im Falle der Standardprotonenspektren (^1H) gelingt die Erzeugung eines derartigen Spektrums innerhalb weniger Minuten, während Kohlenstoff-NMR-Spektren, insbesondere wegen der geringen natürlichen Häufigkeit des Isotops ^{13}C (ca. 1.1%) mindestens 20 min Messdauer (in Abhängigkeit von Molekülgröße und Analytkonzentration ggf. auch mehrere Stunden) benötigen. Ist die Konzentration eines Analyten beispielsweise aufgrund geringer Löslichkeit sehr gering (z. B. nur 1 mg in ca. 550 μL CDCl_3), so kann die Anzahl der Resonanz-anregungen erhöht werden. In der Praxis werden die einzelnen FIDs addiert und gemeinsam Fourier-transformiert. Das resultierende Signal/Rausch-Verhältnis steigt mit der Wurzel der Anzahl der FID-Aufnahmen („Scans“):

$$S/R = \text{Scan-Anzahl}^{\frac{1}{2}}$$

Sollte eine vollständige Signalzuordnung (z. B. bei wesentlichen größeren Molekülen) allein anhand des eindimensionalen ^1H -Spektrums und ggf. weiterer 1D-Spektren, insbesondere ^{13}C -NMR, nicht möglich sein, so können 2D-Spektren aufgenommen werden. Diese zeigen vor allem Konnektivitäten zwischen den Kohlenstoffatomen des Molekülgerüsts und direkt gebundenen (C-H) oder maximal drei Bindungen entfernten Wasserstoff-Substituenten, somit (C-C-H bzw. C-C-C-H). Derartige Spektren sind in weiterführender Literatur zu 2D-NMR – Methoden zu finden unter den Bezeichnungen $^1\text{H},^{13}\text{C}$ -HSQC und $^1\text{H},^{13}\text{C}$ -HMBC.

3.2. Massenspektrometrie

Mithilfe der Massenspektrometrie kann man die Molmasse und somit die Summelformel einer Verbindung ermitteln. Zur Messung müssen die Moleküle in Ionen überführt werden, die sich in der Gasphase befinden. Hierfür existieren verschiedene Verfahren, die in Abbildung 6 zusammengestellt sind.

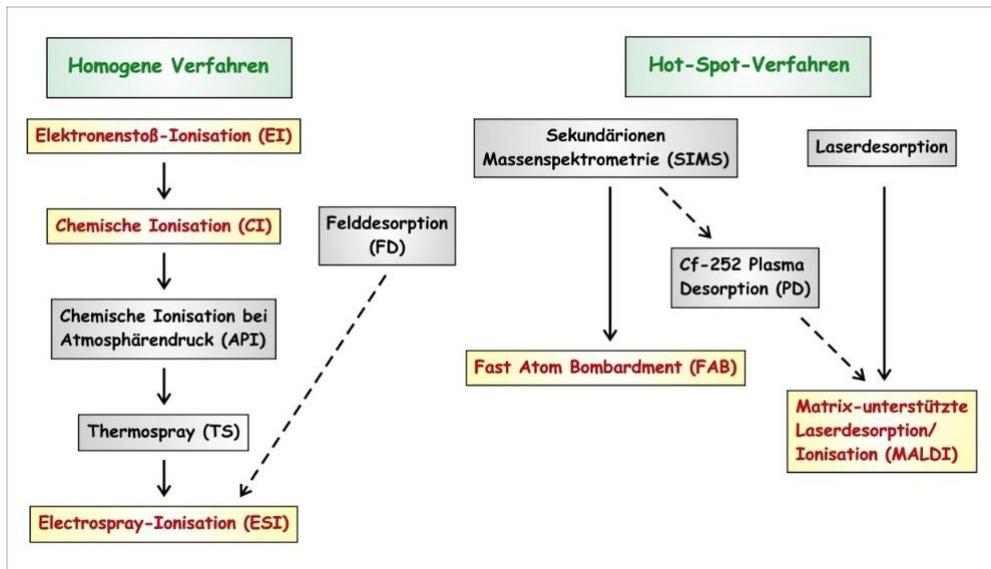


Abbildung 6: Zusammenstellung verschiedener MS-Methoden.

Das Institut für Organische Chemie der TU Clausthal verfügt über zwei Massenspektrometer mit komplementären Ionisierungsmethoden und somit Anwendungsgebieten:

1. Elektronenstoß-Ionisationsmassenspektrometrie (electron-impact ionization mass spectrometry: **EI-MS**) mit den Varianten CI-MS, DIP-MS und DEP-MS für unpolare und auch GC-gängige Proben
2. Electrospray-Ionisationsmassenspektrometrie (electrospray ionization mass spectrometry: **ESI-MS**) für geladene und hoch polare Verbindungen.

3.2.1. EI-Massenspektrometrie

Probenzufuhr

Bei der EI-Massenspektrometrie kann die Probenzuführung direkt oder indirekt erfolgen:

Substanzen, die für die indirekte Probenzuführung, d.h. über einen Gaschromatographen (GC-MS) benutzt werden sollen, müssen in leichtflüchtigen Lösungsmitteln löslich sein und sich gut verdampfen lassen. Der Vorteil bei einer indirekten Probenzuführung ist ein sehr

geringer Substanzverbrauch von 0,01 bis 10 µg. Der Nachteil besteht darin, dass nur entsprechend flüchtige Verbindungen verwendet werden können.

Bei der direkten Probenzuführung erfolgt die Verdampfung der zu messenden Substanz über eine Glühkathode (Filament) oder über ein beheizbares Glasbehältnis. Dementsprechend heißen diese Methoden DEP-EI-MS (direct exposure probe) und DIP-EI-MS (direct inlet probe). Die Methode der EI-Massenspektrometrie ist auf eher unpolare Verbindungen beschränkt, die sich unter diesen Bedingungen verdampfen lassen. Die Probe wird im DIP- und DEP-Verfahren durch eine Vakuumschleuse direkt in der Ionenquelle plaziert und dort so lange aufgeheizt, bis ihr Dampfdruck etwa 10^{-6} Torr erreicht hat. Infolge des niedrigen Drucks wird eine geringere Verdampfungstemperatur benötigt als bei indirekter Einführung über einen Gaschromatographen, so dass die direkte Probenzufuhr schonender ist. Für zersetzliche Proben ist es vorteilhaft, dass die Moleküle bis zur Ionisierung eine kürzere Strecke zurücklegen müssen. Die direkte Probenzuführung wird bei schwerflüchtigen, nicht löslichen und thermolabilen Verbindungen angewendet; das Verfahren ist für 1 bis 100 µg Substanz ausgelegt.

Ionisierung

Bei der Methode der EI-Massenspektrometrie (Abbildung 7) werden die verdampften Moleküle nach direkter oder indirekter Probenzufuhr mit einem hochenergetischen Elektronenstrahl beschossen, wobei die variierbare Energie des Strahls üblicherweise zwischen 70 eV und 80 eV eingestellt wird. Wenn der Elektronenstrahl die Moleküle trifft, schlagen die Elektronen des Strahls ein Elektron (oder mehrere) aus den zu messenden Molekülen heraus, die daraufhin zu Radikalkationen werden. Bei 70 eV-Elektronen ist die Energieübertragung meist so groß, dass die elektronische Anregungsenergie der positiv geladenen Molekülionen sich rasch in Schwingungsenergie umwandelt, was dann in der Regel zu einer Fragmentierung des Molekülions führt. Elektronenstoß-Ionisierung (EI) ist demnach eine „harte“ Ionisierungstechnik. Die Fragmentierung der Moleküle erfolgt nach Zerfallsregeln (z.B. α -Spaltungen, Benzyl- und Allylspaltungen, Onium-Reaktionen, RETRO-DIELS-ALDER-Reaktionen, MCLAFFERTY-Umlagerungen, etc.) und ist daher von hohem diagnostischem Wert, da man aus den Fragmenten auf das Ursprungsmolekül schließen kann.

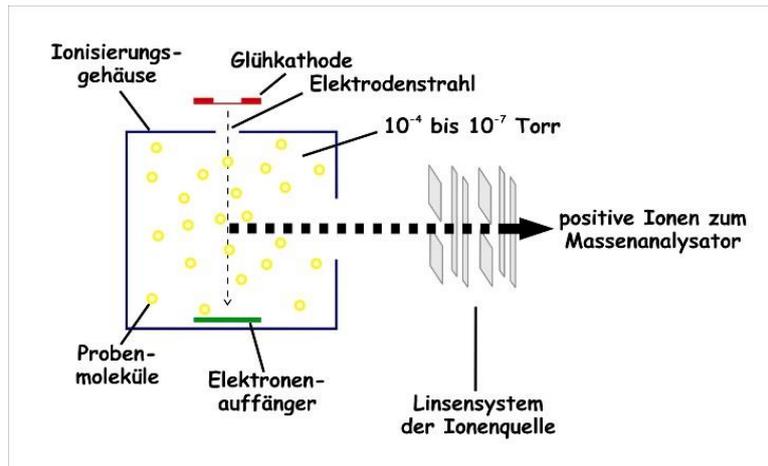
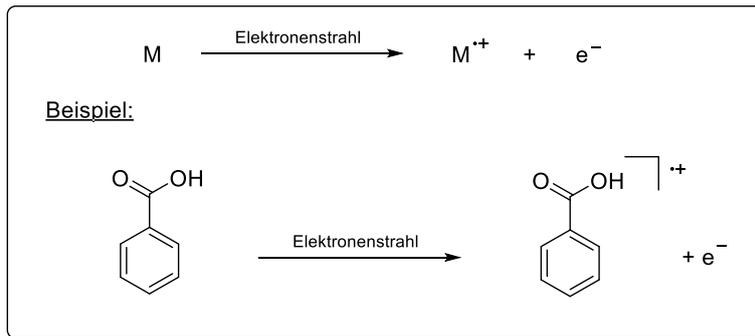


Abbildung 7: Ionisierung nach der EI-Methode.

Die Variante der chemischen Ionisation (CI-MS) nutzt ein Reaktantgas wie z.B. Methan, das in die Ionisierungskammer geleitet wird und das gegenüber der zu analysierenden Substanz bevorzugt durch Elektronenstoßionisation ionisiert wird (Abbildung 8). Ionen-Molekül-Reaktionen laufen dann über Stöße in der Gasphase ab, so dass diese Methode besonders für empfindliche Proben geeignet ist, die unter normalen EI-Bedingungen sofort zerfallen würden.

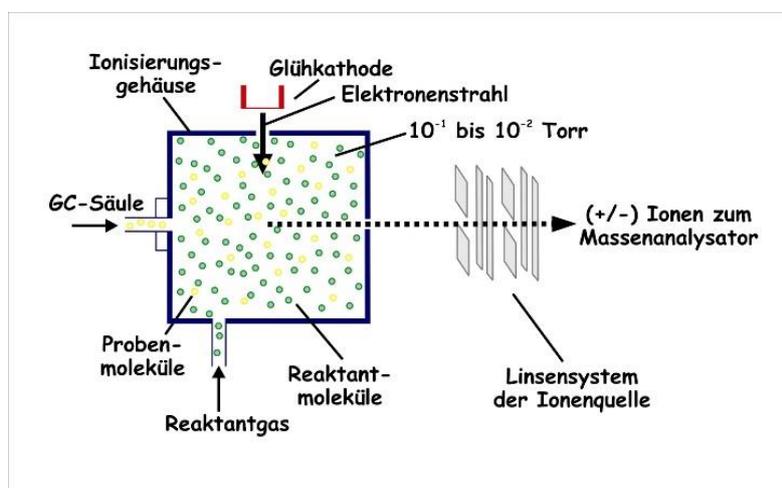


Abbildung 8: Ionisierung nach der CI-Methode.

Analysatoren

Im Massenspektrometer durchlaufen alle kationischen Spezies eine Strecke zwischen zwei anionischen Platten („Ionenoptik“), welche die Kationen beschleunigen. In der Analysatorröhre werden die Kationen z.B. auf gekrümmte Flugbahnen ablenkt, weil sie von einem Magneten umgeben ist. Das Maß der Ablenkung ist logischerweise abhängig vom Verhältnis der Masse (m) zur Ladungszahl (z), d.h. von m/z . Hierdurch kann also eine Trennung von Ionen mit unterschiedlichen m/z -Verhältnissen erfolgen (Abbildung 9).

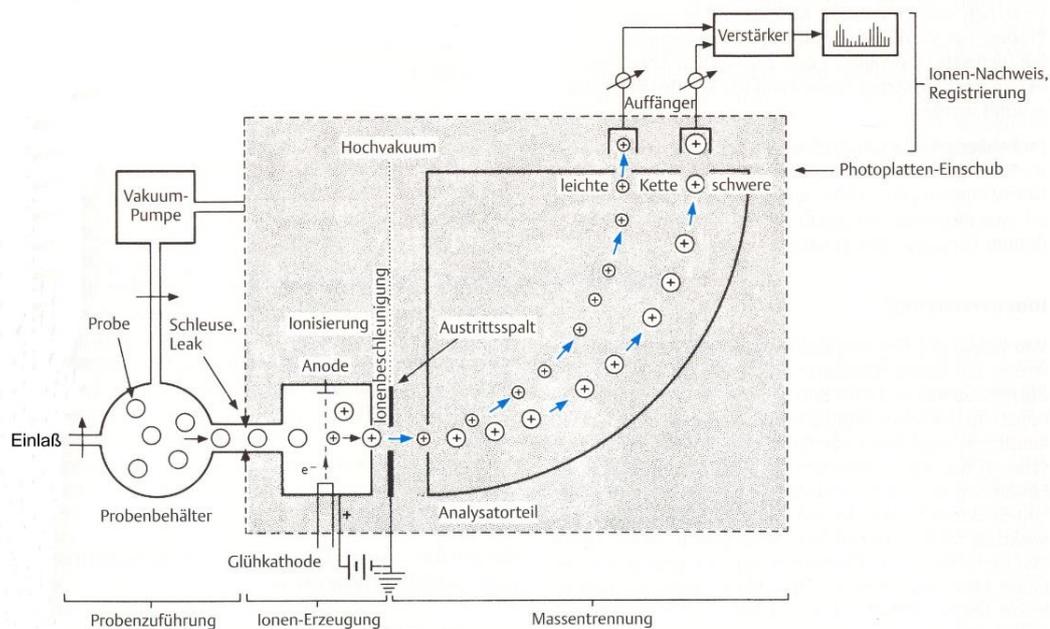


Abbildung 9: Schematische Darstellung eines EI-(CI)-Massenspektrometers.

Quadrupol-Analysatoren, wie sie alternativ in beiden Geräten der Clausthaller MS-Abteilung verwendet werden, bestehen aus vier parallelen Metallstäben (Abbildung 10). Bei einem bestimmten Potential- und Frequenzzustand werden nur Ionen mit einem bestimmten m/z -Wert auf einer stabilen Flugbahn durch das Stabsystem gehalten, Ionen mit anderen m/z -Werten werden aussortiert. Die Kalibrierung von Quadrupol-Instrumenten erfordert die Verwendung einer Referenzsubstanz, die über den gesamten Massenbereich Ionen mit ausreichender Intensität liefert.

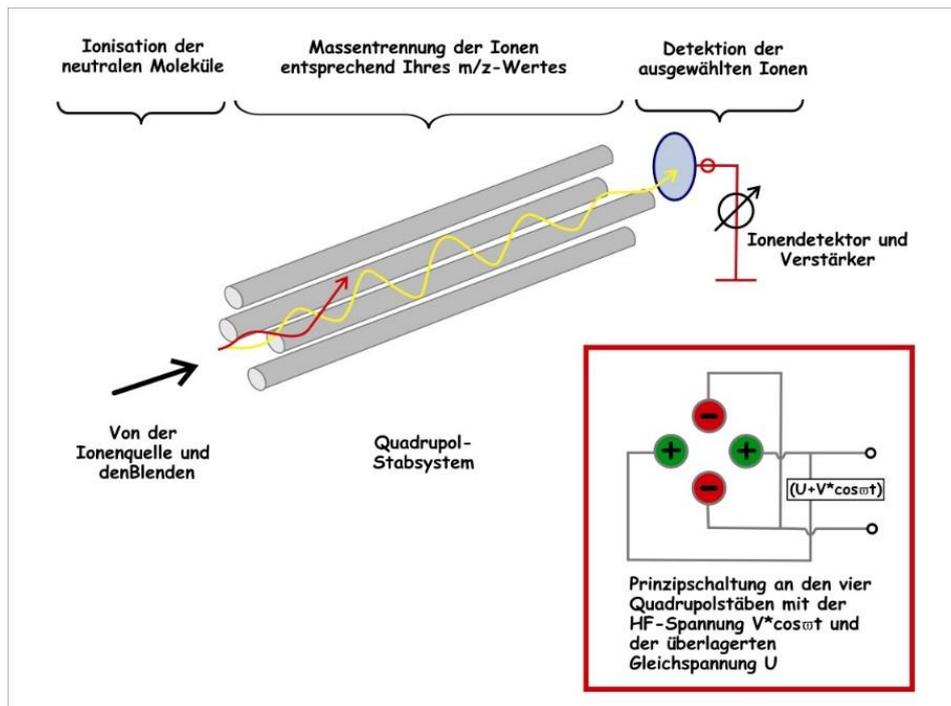


Abbildung 10: Schematische Darstellung eines Quadrupols.

Auswertung der nach der EI-Methode erhaltenen Massenspektren

Molekülionen: Durch Entfernen eines Elektrons aus einem Molekül erhält man wie erwähnt das – bis auf den Verlust eines Elektrons – intakte Molekülion. Um als solches den Analysator des Massenspektrums zu durchqueren und die Registriereinrichtung erreichen zu können, muss das Molekülion eine Lebensdauer von $\geq 10^{-5}$ s haben. Den entsprechenden Peak des Molekülions nennt man „Molekülionenpeak“ oder einfach „Molpeak“. Der Peak mit einer relativen Intensität 100% in einem Massenspektrum bezeichnet man als „Basispeak“ – dieser kann auch auf ein Fragment zurückzuführen sein. Zur Beurteilung, ob ein bestimmtes Ion im Massenspektrum ein Molekülion ist, helfen folgende Fragen, wenn keine thermische oder katalytische Umwandlung des Ions erfolgt ist.

1. Setzt sich der Molpeak aus den Massen der Fragmente zusammen?
2. Stehen alle Fragmente durch sinnvolle Massendifferenzen mit dem Molpeak in Beziehung? Nicht sinnvolle Differenzen ausgehend vom höchsten erkennbaren Ion sind oft auf Verunreinigungen zurückzuführen, oder aber es handelt sich nicht um den Molpeak (z.B. weil das Molekül unter den Messbedingungen instabil ist).
3. Sind die Molekülmassen von Derivaten und Ausgangssubstanz konsistent?

Fragmente: Molekülionen, die genügend Energie besitzen, zerfallen unter den harten Messbedingungen der EI-Massenspektrometrie meist in Fragmente. Der häufigste Fall ist hierbei die Bildung eines (oder mehrerer) neutraler Fragmente neben einem kationischen Fragment. Während das Molekülion stets ein Radikalion ($M^{+\bullet}$), können die Fragmente Radikationen, Neutalmoleküle, Kationen oder neutrale Radikale sein – detektiert werden nur die Kationen und Radikalkationen:



Mehratomige Moleküle können nach den oben erwähnten Zerfallsregeln auch unterschiedliche Fragmente bilden, die ggf. nebeneinander im MS-Spektrum sichtbar sind. Energiereiche Fragmente können dabei weiter zerfallen. Durch Variation der Ionisierungsenergie oder der Ionisierungsmethode erhält man daher ggf. unterschiedliche Massenspektren. Die Messbedingungen sind daher zwingend anzugeben.

Isotopenverteilung: Isotope sind Atome mit gleicher Ordnungszahl aber unterschiedlicher Massenzahl – sie unterscheiden sich also in der Anzahl von Neutronen im Atomkern. Durch ihre typischen Isotopenmuster lässt sich einige Elementen leicht massenspektrometrisch identifizieren (z.B. Si, S, Cl, Br usw.).

Massenspektren: Abbildung 11 zeigt beispielhaft das Massenspektrum von Benzo­es­ure. Massenspektren werden z.B. wie folgt in Protokollen / Publikationen beschrieben:

EI-MS (DEP, 70 eV): m/z (rel. Int.) = 122 (98%) $[M]^+$, 105 (100%) $[M-OH]^+$, 77 (90%) $[M-COOH]^+$.

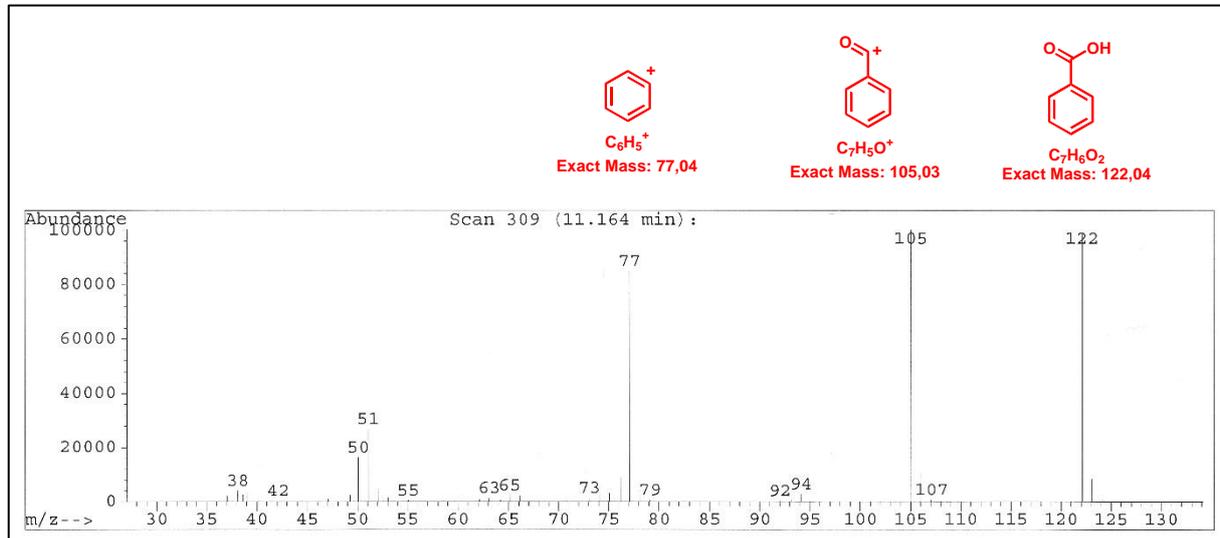


Abbildung 11: Beispiel eines EI-MS-Spektrums.

Der Peak bei $m/z = 122$ ist der Molpeak, der Peak bei $m/z = 105$ der Basispeak.

3.2.2. Electrospray-Ionisations-Massenspektrometrie (ESI-MS)

Diese Methode ist für ionische und stark polare Substanzen geeignet, die sich nicht nach dem EI-Verfahren verdampfen lassen. Die Ionisierung erfolgt aus einer polaren Lösung in Wasser, Methanol oder Acetonitril, wobei *per se* nicht-geladene Substanzen durch Anlagerung eines Protons $[M+H]^+$ oder eines Natriumkations $[M+Na]^+$ zu Kationen werden. Dementsprechend werden die Massen M der Probensubstanz als Protonenaddukte ($m/z = M+1$) oder Natriumaddukte ($m/z = M+23$) detektiert. Da die Methode der ESI-MS sehr mild ist, werden oft Dimere als Protonenaddukte ($m/z = [2M+H]^+$) oder als Natriumaddukte ($m/z = [2M+Na]^+$) detektiert. Das Ger­at erlaubt auch die Detektion von Anionen. Hierbei werden *per se* neutrale Molek­ule nach Abspaltung eines aciden Protons als Anionen ($m/z = [M-H]^-$) gefunden. Fragmentierung von Molek­ulen kann man nach dem ESI-Verfahren nahezu vollst­andig unterdr­ucken, daf­ur erlaubt die ESI-MS das Studium intermolekularer Wechselwirkungen wie Wasserstoffbr­uckenbindungen zwischen verschiedenen Substraten.

Beim Elektrospray-Verfahren wird die in den o.a. L­osungsmitteln gel­oste Probe unter Atmosph­arendruck in einem starken elektronischen Feld als Spray verspr­uht. Ein Trocknungsgas, meist Stickstoff der Temperatur 120 - 300 $^{\circ}C$, l­asst das L­osungsmittel in den Spraytr­opfchen verdampfen, so dass letztlich eine Coulomb-Explosion nackte Ionen freisetzt,

die in den Analysator gelangen. Auf diese Weise gelingt es, Moleküle in Lösungen unter sehr milden Bedingungen in die Gasphase zu bekommen, so dass sie im starken Vakuum eines Massenspektrometers gemessen werden können. Durch eine Öffnung im Zentrum einer zur Kapillarspitze, aus der gesprüht wird, angeordneten Gegenelektrode gelangen die nackten Ionen in den Analysator des Massenspektrometers.

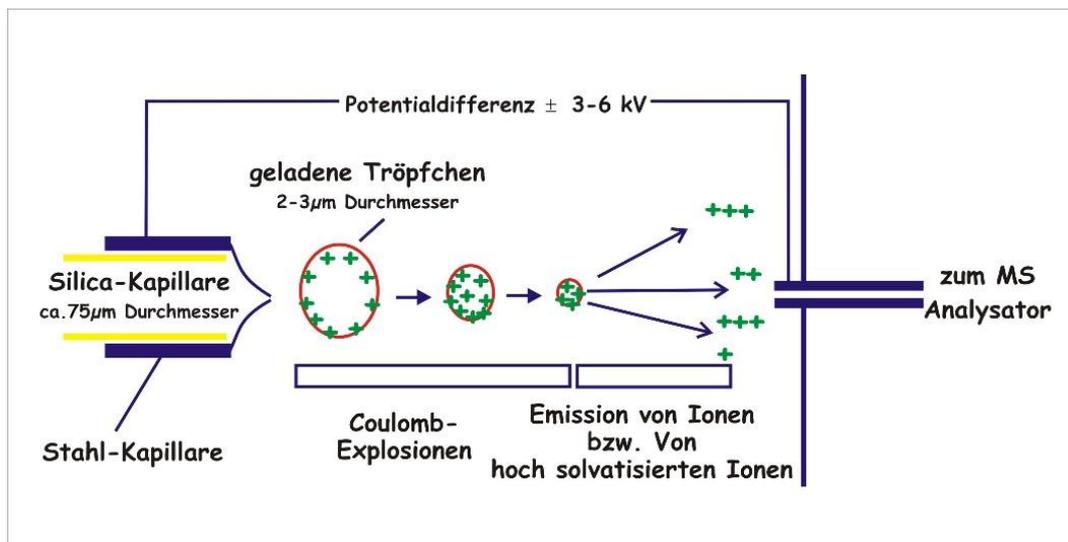


Abbildung 12: Schematische Darstellung einer Elektrospray-Ionisation.

Massenspektren nach der ESIMS-Methode werden z.B. wie folgt in Protokollen / Publikationen beschrieben (das Beispiel bleibt Benzoösäure); die Angabe „20 V“ bezieht sich auf die Fragmentorspannung, mit der man Fragmentierungen induzieren kann:

ESI-MS (MeOH, 20 V): m/z (rel. Int.) = 267.1 (55%) $[2M+Na]^+$, 145.1 (100%) $[M+Na]^+$, 123.1 (80%) $[M-H]^+$.

Literatur zur Massenspektrometrie:

1. H. Budzikiewicz, M. Schäfer, *Massenspektrometrie - Eine Einführung*, Wiley-VCH, 6. Auflage, 2012.
2. J. H. Gross, K. Beifuss, *Massenspektrometrie – Ein Lehrbuch*, Springer Spektrum, 2013.
3. W.D. Lehmann, *Massenspektrometrie in der Biochemie*, Spektrum Akademischer Verlag, 1996.
4. M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, *Spektroskopische Methoden in der Organischen Chemie*, Thieme, 8. Auflage, 2011.

3.1. UV/Vis-Spektroskopie

Das Spektrum der elektromagnetischen Strahlung ist in Abbildung 13 dargestellt. Die Energie elektromagnetischer Strahlung kann mittels Gleichung 1 berechnet werden.

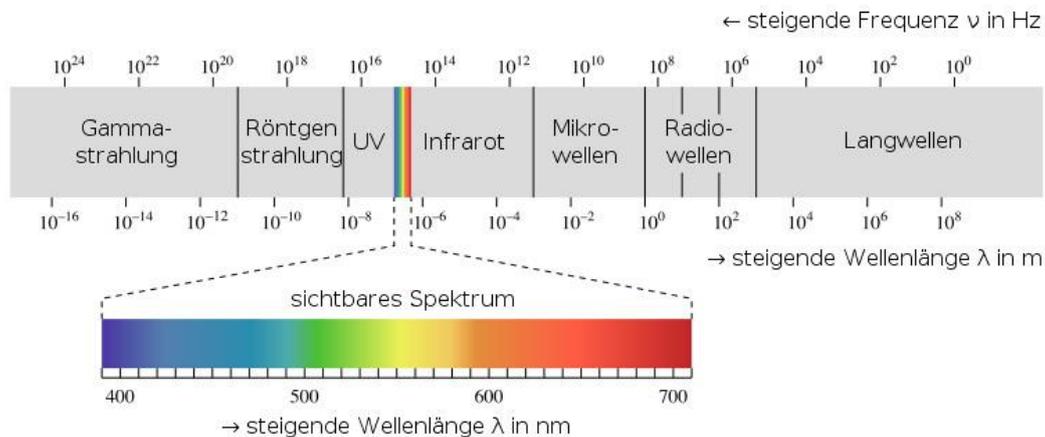


Abbildung 13: Elektromagnetisches Spektrum mit vergrößertem Bereich des sichtbaren Lichtes. (Bildquelle: Wikipedia)

$$E = h \cdot \nu \quad (1)$$

E : Energie [J]
 h : Plancksches Wirkungsquantum [$6,626 \cdot 10^{-34}$ J·s]
 ν : Frequenz [s^{-1}]

Die UV/Vis-Spektroskopie beruht auf der Wechselwirkung zwischen den zu untersuchenden Molekülen und der elektromagnetischen Strahlung. Bei der UV/Vis-Spektroskopie wird Licht im Wellenlängenbereich von 200 nm bis 800 nm eingestrahlt. Unterhalb von 200 nm beginnt der Luftsauerstoff die Strahlung zu absorbieren. Dieser Bereich ist somit nur mittels Vakuumtechnik zugänglich und wird daher als Vakuum-UV-Spektroskopie bezeichnet. Das Messprinzip in der UV/Vis-Spektroskopie beruht darauf, dass über das Licht die Valenzelektronen auf der äußeren Schale zu Schwingungen angeregt werden. Wie durch das Molekülorbitalschema veranschaulicht werden kann, überlappen bei einer Bindung die beteiligten Atomorbitale. Die nötige Energie, um von einem bindenden Orbital in ein antibindendes zu wechseln, ist charakteristisch für Ionen bzw. Struktureinheiten (z.B. OH-, oder C=O-Gruppen) und wird über das absorbierte Licht geliefert. Eine Absorption findet statt, wenn die Energie des eingestrahlt Lichtes genau der Energiedifferenz zwischen dem Grund- und dem angeregten Zustand entspricht. Nur in diesem Fall werden die Elektronen angeregt. Wird Strahlung im sichtbaren Bereich absorbiert, so erscheint eine Substanz farbig: Ein Stoff hat im sichtbaren Lichtbereich immer die Komplementärfarbe jener Farbe, die er absorbiert. In

Falle einer Absorption ist die Energie des absorbierten Lichtes gleich der Energiedifferenz zwischen dem angeregten Zustand S_n und dem Grundzustand S_0 des Analyten (Gleichung 2).

$$\Delta E = E_n - E_0 \quad (2)$$

Absorptionsmethoden beruhen auf der Schwächung eines Lichtstrahls durch Elektronenanregung von Atomen und Molekülen. Bei der Absorption von Licht aus dem UV/VIS-Bereich werden ausschließlich Elektronen in äußeren Orbitalen angeregt. Dadurch wird das charakteristische Absorptionsspektrum der Moleküle erhalten. Dabei haben Doppelbindungen und delokalisierte π -Elektronensysteme einen anderen Absorptionsbereich als σ -Bindungen und können unterschiedliche Farben der Stoffe bewirken (Abbildung 14).

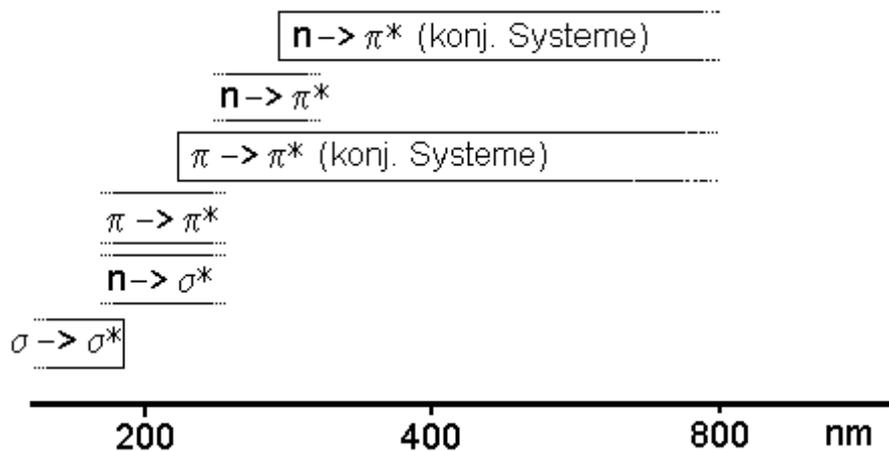


Abbildung 14: typische Absorptionsbereiche verschiedener Elektronenübergänge.
(Bildquelle: <http://userpage.chemie.fu-berlin.de/~tlehmann/gp/uv.pdf>)

Mit der UV/Vis-Spektroskopie können qualitative Aussagen über eine unbekannt reine Substanz getroffen werden. Eine hohe Reinheit ist erforderlich, da sich sonst die Absorptionsspektren der enthaltenen Stoffe überlagern, wodurch eine eindeutige Zuordnung der Banden nur schwer möglich ist. Für quantitative Aussagen wird eine Messreihe mit Standardlösungen der zu bestimmenden Substanz benötigt, aus welchen eine Kalibriergerade erstellt wird, indem die Konzentration gegen die jeweilige Absorption aufgetragen wird. Bei einer quantitativen Messung ist darauf zu achten, dass mit derselben Küvette und der gleichen Temperatur gemessen wird. Über das LAMBERT-BEER'sche Gesetz lässt sich dann die Konzentration einer Probe berechnen (Gleichung 3).

$$E = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon \cdot c \cdot d \quad (3)$$

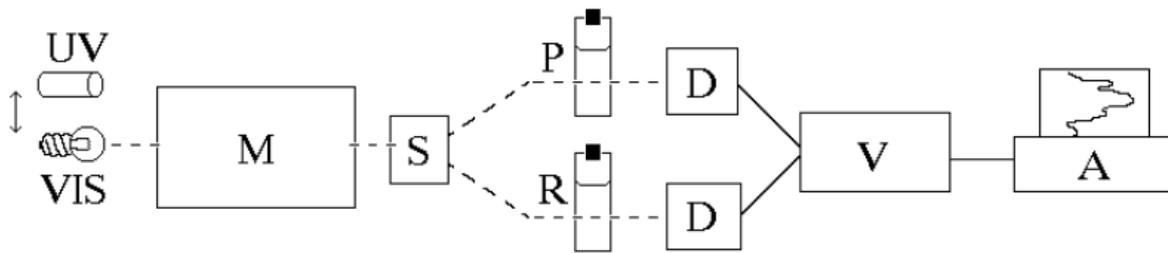
E: Extinktion
I₀: Intensität bei der Nullmessung
I: Intensität der Messung
d: Dicke der Küvette [cm]
c: Konzentration der Lösung [mol·L⁻¹]
ε: Extinktionskoeffizient [L·mol⁻¹·cm⁻¹]

Durchläuft ein monochromatischer Lichtstrahl der Intensität I_0 einen absorbierenden, homogenen Körper, so weist das austretende Licht nur noch die Intensität I auf. Zwischen I_0 und I besteht, wie in Gleichung 3 gezeigt, eine logarithmische Beziehung. Das Verhältnis I/I_0 wird als Transmission T bezeichnet. Die Absorption lässt sich durch Subtraktion der Transmission von 1 bestimmen ($A = 1 - T$).

Des Weiteren ist es auch möglich über Abweichungen vom LAMBERT-BEER'schen Gesetz Gleichgewichte und Kinetik chemischer Reaktionen direkt zu beobachten. Voraussetzung dafür ist natürlich, dass ein Teil der Probe elektromagnetische Strahlung im Messbereich absorbiert.

In einem UV/Vis-Spektrometer wird monochromatisiertes Licht auf eine Probe gestrahlt und anschließend detektiert. Als Ergebnis ergibt sich das Absorptionsspektrum der untersuchten Substanz in Abhängigkeit der Wellenlänge λ des eingestrahlten Lichts. Bevor eine UV/Vis Messung durchgeführt wird, ist es nötig, dass das Messgerät auf einen Nullwert kalibriert wird. Die Referenzprobe mit dem reinen Lösungsmittels ist deswegen nötig, da sowohl die Küvette, abhängig vom Material (z.B. Glas, Kunststoff), als auch das Lösungsmittel zu einem gewissen Grad Licht absorbieren, was wiederum aus dem eigentlichen Spektrum herausgerechnet muss.

Mit dem Einstrahl- und dem Zweistrahlpektrometer existieren zwei unterschiedliche Bauweisen von UV/Vis-Spektrometern. In Abbildung 15 ist ein Zweistrahlspektrometer schematisch dargestellt:



- UV* = UV-Lampe, *VIS* = Lampe für den sichtbaren Bereich
M = Monochromator
S = Strahlenteiler
P = Probenküvette
R = Vergleichsküvette (Referenzküvette)
D = Detektor
V = Verstärker
A = Ausgabegerät (Computer)

Abbildung 15: Schematischer Aufbau eines Zweistrahl-UV/Vis-Spektrometers.
 (Bildquelle: <http://userpage.chemie.fu-berlin.de/~tlehmann/gp/uv.pdf>)

Der wesentliche Unterschied zwischen den genannten Bauarten besteht darin, dass bei Einstrahlspektrometern das Gerät zunächst mit der Referenzprobe kalibriert, das Ergebnis als Nullwert gespeichert und im Anschluss die Proben vermessen werden. Bei Zweistrahl-spektrometern hingegen wird das eingestrahlte Licht geteilt und gleichzeitig durch Proben- und Referenzküvette geleitet. Somit wird bei jeder Messung die Probe direkt mit der Referenz verglichen. Allerdings ist es auch hier unerlässlich, dass vorher eine Nullmessung zur Kalibrierung der Detektoren durchgeführt wird.

3.2. Fluoreszenz-Spektroskopie

Die Lumineszenz wird in zwei Kategorien eingeteilt: Die Fluoreszenz beschreibt die Lichtemission von Spezies, bei der diese aus einem energiereichen Zustand S_1 (angeregter Zustand) in einen energieärmeren Elektronenzustand S_0 (Grundzustand) unter Beibehaltung der Multiplizität übergehen. Strahlungsübergänge zwischen Zuständen unterschiedlicher Multiplizität werden als Phosphoreszenz bezeichnet. Beide Phänomene werden als Lumineszenz zusammengefasst. Lumineszenzerscheinungen lassen sich nach der Art der Zuführung der Anregungsenergie klassifizieren (Tabelle 3)

Tabelle 3: Lumineszenzarten

Lumineszenztyp	Art der Anregung (Beispiel)
Photolumineszenz	Absorption von Licht
Chemilumineszenz	chemische Reaktion
Radiolumineszenz	Kernstrahlung
Sonolumineszenz	Ultraschall
Elektrolumineszenz	Ladungstransport in einer Gasentladung (Gasentladungsröhre) oder in einem Halbleiter (Leuchtdiode)
Thermolumineszenz	thermisch aktivierte Ionenrekombination

Lumineszenzuntersuchungen liefern Informationen über die Eigenschaften angeregter Elektronenzustände und lassen sich zur qualitativen und (hochempfindlichen) quantitativen Analyse heranziehen.

Bei einer großen Zahl organischer Verbindungen, insbesondere bei ungesättigten Kohlenwasserstoffen, kann nach Einstrahlung in deren Absorptionsbande eine Emission von Licht, die Fluoreszenz, beobachtet werden. Fluoreszenzemissionen und strahlungslose Desaktivierungsprozesse werden durch das JABLONSKI-Diagramm beschrieben (Abbildung 16). Bei Raumtemperatur befinden sich die meisten Moleküle im niedrigsten Schwingungszustand des Elektronengrundzustandes (S_0). Die Absorption von Licht bewirkt einen Übergang vom Grundzustand in einen angeregten Singulettzustand S_n . Die Energiedifferenz zwischen beiden Zuständen entspricht der des absorbierten Photons. Innerhalb von 10^{-13} s bis 10^{-11} s relaxiert das Molekül zum niedrigsten angeregten Elektronenzustand S_1 , der eine Lebensdauer in der Größenordnung von 10^{-9} s (Nanosekunden) hat. Von diesem Zustand aus erfolgt die Fluoreszenz, deren Spektrum unabhängig von der Anregungswellenlänge und zur langwelligen Absorptionsbande bathochrom verschoben ist.

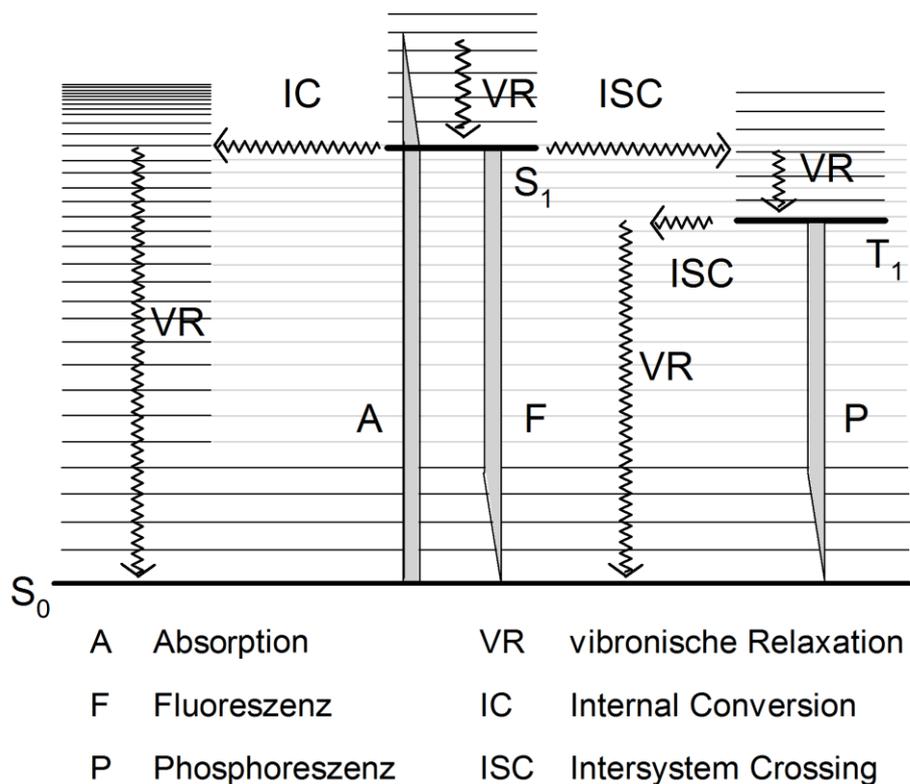


Abbildung 16: JABLONSKI-Diagramm.
(Bildquelle: Wikipedia)

In Konkurrenz zur Fluoreszenz (F) erfolgen strahlungslose Prozesse wie die Rückkehr in den Elektronengrundzustand S_0 durch eine innere Umwandlung (engl. internal conversion, IC), der vibronische Relaxationen folgen. Weiterhin können Übergänge in den Triplettzustand T_1 mittels Intersystem Crossing (ISC) stattfinden, wobei sich die Multiplizität des Elektrons umkehrt. Hierdurch wird die Lebenszeit des angeregten Zustands verlängert, da eine Rückkehr in den Grundzustand über eine Phosphoreszenzemission (P) nur durch eine erneute Spinumkehr möglich ist.

Die Fluoreszenzeigenschaften von Molekülen werden sowohl vom radiativen Prozess k_F als auch den strahlungslosen Prozessen k_{IC} bestimmt, die ihrerseits von den Eigenschaften der Moleküle im S_1 -Zustand und deren Wechselwirkung mit der Umgebung (Druck, Lösungsmittel, pH-Wert, Temperatur) abhängen.

Die mittlere Aufenthaltsdauer (Lebensdauer) von unbeeinflussten Molekülen im S_1 -Zustand wird durch die Geschwindigkeitskonstanten der beteiligten Desaktivierungsprozesse entsprechend Gleichung 4 bestimmt.

$$\tau_0 = \frac{1}{k_F + k_{IC} + k_{ISC}} \quad (4)$$

τ_0 : Lebensdauer [s]
 k_F, k_{IC}, k_{ISC} : Geschwindigkeitskonstanten der Fluoreszenz, der Internal Conversion und des Intersystem Crossings [l·s⁻¹]

Die Fluoreszenzquantenausbeute Φ_F (Gleichung 5) gibt das Verhältnis der Zahl der Moleküle, die Fluoreszenz emittiert haben zur Zahl der angeregten Moleküle an und lässt sich durch die Geschwindigkeitskonstanten ausdrücken.

$$\Phi_F = \frac{N_F}{N_A} = \frac{k_F}{k_F + k_{IC} + k_{ISC}} \quad (5)$$

Φ_F : Quantenausbeute
 N_F : Zahl der emittierten Photonen
 N_A : Zahl der absorbierten Photonen

Aus den experimentell bestimmten Werten für Φ_F und τ_0 lassen sich die Geschwindigkeitskonstante der Fluoreszenz k_F (Gleichung 6) und die Summe der Geschwindigkeitskonstanten der strahlungslosen (engl. nonradiative) Prozesse k_{NR} berechnen (Gleichung 7).

$$k_F = \frac{\Phi_F}{\tau_0} \quad (6)$$

$$k_{NR} = \frac{(1 - \Phi_F)}{\tau_0} = k_{IC} + k_{ISC} + k_Q[Q] + k_R \quad (7)$$

Abbildung 17 zeigt den schematischen Aufbau eines Fluoreszenzspektrometers. Das Anregungslicht wird mit einer Xenon-Hochdrucklampe erzeugt und über den Anregungsmonochromator auf die zu untersuchende Probe gelenkt. Das von der Probe wiederum emittierte Fluoreszenzlicht wird im 90°-Winkel über den Emissionsmonochromator auf den Photomultiplier (Detektor) gelenkt. Die 90°-Geometrie des Aufbaus schützt den Photomultiplier vor der Strahlung des Anregungslichts und ermöglicht dadurch die ungestörte Messung der Fluoreszenzemission. Der Anregungs- und der Emissionsmonochromator ermöglichen schließlich durch Variation der Gitterposition die Einstellung der gewünschten Wellenlänge für die Anregungs- und Emissionsstrahlung.

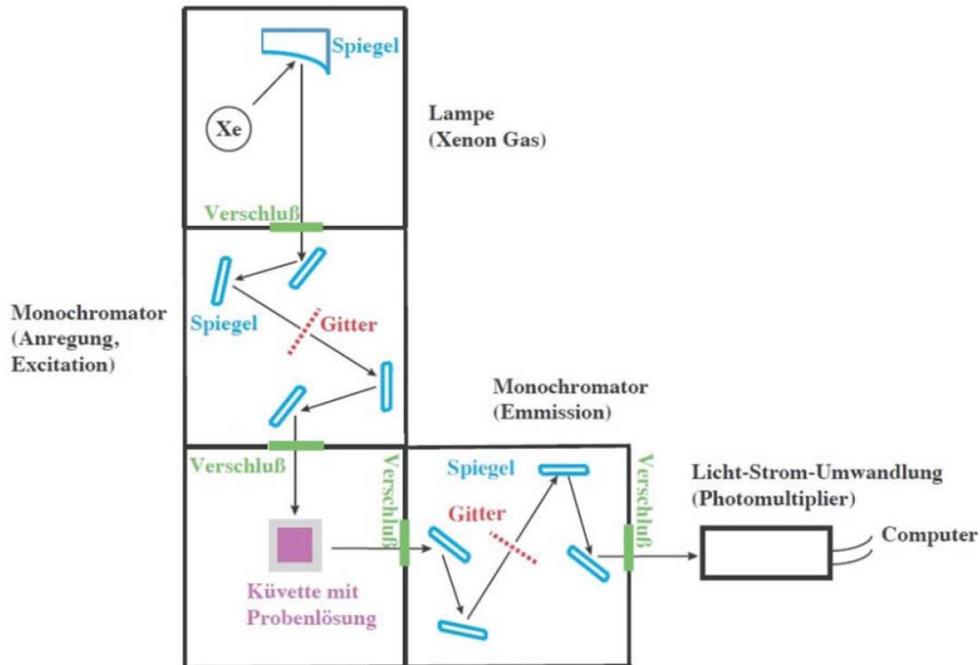


Abbildung 17: Schematischer Aufbau eines Fluoreszenzspektrometers.
 (Bildquelle: <http://www.uni-konstanz.de/FuF/Bio/folding/Fluoreszenzspektroskopie-o.pdf>)

3.3. IR-Spektroskopie

Die IR-Spektroskopie ist eine schwingungsspektroskopische Methode und basiert auf der Wechselwirkung von elektromagnetischer Strahlung mit der zu untersuchenden Materie.

Damit ein Atom zum Schwingen angeregt werden kann, muss es sich im Molekül bewegen können. Die Freiheitsgrade eines Atoms geben dabei an, wie viele Bewegungsmöglichkeiten ein Atom besitzt. Für ein gewinkeltes Molekül, bestehend aus N Atomen, existieren $3N$ Freiheitsgrade. Davon entfallen jeweils 3 Freiheitsgrade auf die Translation und 3 Freiheitsgrade auf die Rotation. Lineare Moleküle, die ebenfalls aus N Atomen bestehen, besitzen jedoch nur 5 Freiheitsgrade, welche sich aus 3 translatorischen und 2 rotatorischen Freiheitsgraden zusammensetzen. Für die beschriebenen Moleküle ergibt sich die folgende Anzahl an möglichen Schwingungen:

- Gewinkelte Moleküle: $3N-6$ Schwingungen
- Lineare Moleküle: $3N-5$ Schwingungen

Die Schwingungen lassen sich nach ihrer Art und ihrem Symmetrieverhalten beschreiben:

1. Valenzschwingungen (ν) - Die Bindungslängen ändern sich.
2. Deformationsschwingungen (δ) - Die Bindungswinkel ändern sich.
3. Torsionsschwingungen (τ) – Der Torsionswinkel zwischen zwei Molekülgruppen ändert sich, wodurch ganze Gruppen verdreht bzw. verdrillt werden.

Die genannten Schwingungsarten lassen sich wiederum unterteilen in:

- Symmetrische Schwingungen (s), bei denen keine Änderung der Molekülsymmetrie auftritt.
- Antisymmetrische Schwingungen (as), bei denen ein oder mehrere Symmetrieelemente wegfallen.
- Entartete Schwingungen (e): Dies sind energiegleiche Schwingungen eines Moleküls, welche sich je nach Entartungsgrad durch verschiedene Raumkoordinaten unterscheiden lassen.

Durch die IR-Strahlung erfolgt eine Wechselwirkung zwischen den Dipolen der zu untersuchenden Moleküle und dem angelegten elektrischen Feld. Solche Wechselwirkungen können nur auftreten, wenn im Molekül bewegte, elektrische Ladung zur Verfügung steht. Dies ist der Fall, wenn ein Molekül entweder ein veränderbares oder ein induziertes Dipolmoment besitzt. Dieses Verhalten wird als IR-aktiv bezeichnet. In Molekülen, in denen nur symmetrische Schwingungen zum Symmetriezentrum vorliegen, treten keine Änderungen des Dipolmoments auf. Solche Stoffe sind IR-inaktiv. IR-Absorption erfolgt also, wenn sich das Dipolmoment während des Energieübergangs ändert.

Im Gegensatz zur UV-Spektroskopie wird der IR-Bereich des elektromagnetischen Spektrums mit der Wellenzahl ν angegeben und nicht mit der Wellenlänge λ . Die Wellenzahl ist dabei proportional zur zugeführten Energie. Es gilt folgender Zusammenhang zwischen der Wellenzahl und der Wellenlänge:

$$\nu = \frac{1}{\lambda} \quad (8)$$

ν : Wellenzahl [cm^{-1}]
 λ : Wellenlänge [cm]

Die Wellenlängen im IR-Bereich werden in drei verschiedene Kategorien eingeteilt:

- Nahes Infrarot NIR 15 000 – 4 000 cm^{-1}
- Mittleres Infrarot MIR 4 000 – 500 cm^{-1}
- Fernes Infrarot FIR 500 – 80 cm^{-1}

IR-Messungen werden in der Regel im MIR-Bereich durchgeführt. Dabei entstehen durch die verschiedenen Schwingungen charakteristische Banden im IR-Spektrum. Die Höhe der Anregungsfrequenz der elektromagnetischen Strahlung, die nötig ist, um eine Atomgruppe zum Schwingen zu bringen, ist abhängig von der Bindungsstärke. Beispielsweise wird für die Schwingungsanregung einer Doppelbindung eine höhere Frequenz benötigt, als für die Anregung einer Einfachbindung. Je komplexer eine Molekülstruktur ist, desto mehr Schwingungen können angeregt werden. Oberhalb von 1500 cm^{-1} können die Schwingungsbanden den, im Molekül enthaltenen, funktionellen Gruppen zugeordnet werden. Unterhalb von 1500 cm^{-1} liegt der so genannte Fingerprint-Bereich, dessen Banden sich unter anderem auf Gerüstschwingungen zurückführen lassen.

Die Entstehung der Banden lässt sich durch die Absorption der IR-Strahlung erklären. Diese tritt auf, wenn die Frequenz der IR-Strahlung mit der Schwingungsfrequenz der Atomgruppe identisch ist. Es kommt zu Wechselwirkungen bzw. zur Energieübertragung, wobei sich die Amplitude der Schwingung vergrößert. Die vom Molekül aufgenommene Energie wird als abgeschwächte Intensität der IR-Strahlung wahrgenommen und als Absorption registriert. Im IR-Spektrum wird diese Absorption gegen die Wellenzahl ν aufgetragen. Die Energie, die die Moleküle durch die IR-Strahlung aufgenommen haben, wird durch molekulare Stöße wieder abgegeben.

Die Messung erfolgt mit einem FT-IR-Spektrometer. Als Strahlungsquelle wird ein NERNST-Stift verwendet, welcher elektrisch aufgeheizt wird. Über einen konkaven Spiegel wird der Lichtstrahl in ein so genanntes MICHELSON-Interferometer geleitet. Im Interferometer befindet sich ein Strahlenteiler, der den eintreffenden Lichtstrahl in zwei Teilsegmente aufteilt. Der eine Anteil des Lichtstrahls wird vom Strahlenteiler um 90° abgelenkt und trifft auf einen festen Spiegel, der den Strahl reflektiert. Der andere Teil des Strahls passiert den Strahlenteiler ungehindert und trifft auf einen beweglichen Spiegel. Durch den Strahlenteiler werden die reflektierten Teilstrahlen nun wieder zu einem Strahl vereint, wodurch eine Überlagerung der

Wellenlängen und damit eine Steigerung der Lichtintensität erreicht wird. Nachdem der Lichtstrahl das Interferometer verlässt, trifft er zunächst auf die Probe und anschließend auf den Detektor. Erfasst wird die Lichtintensität in Abhängigkeit der Streckendifferenz, die der bewegliche Spiegel zurücklegt. Dabei wird die Position des Spiegels durch Detektion mit einem Laserstrahl erfasst, welcher in umgekehrter Richtung das Interferometer passiert. Das IR-Spektrum ergibt sich schließlich durch eine digitale Fourier-Transformation (FT) der detektierten Werte. Abbildung 18 zeigt den schematischen Aufbau eines IR-Spektrometers.

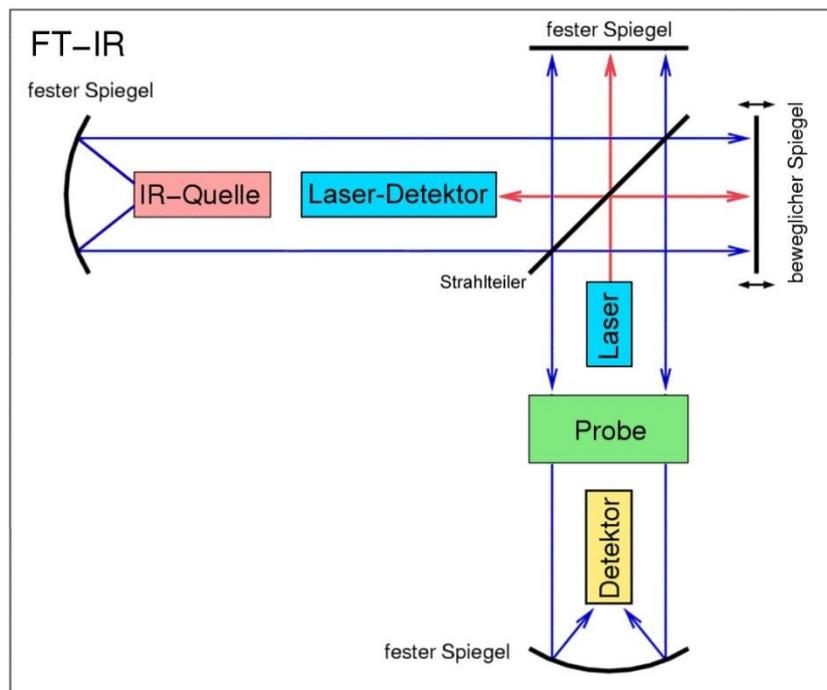


Abbildung 18: Schematischer Aufbau eines IR-Spektrometers.