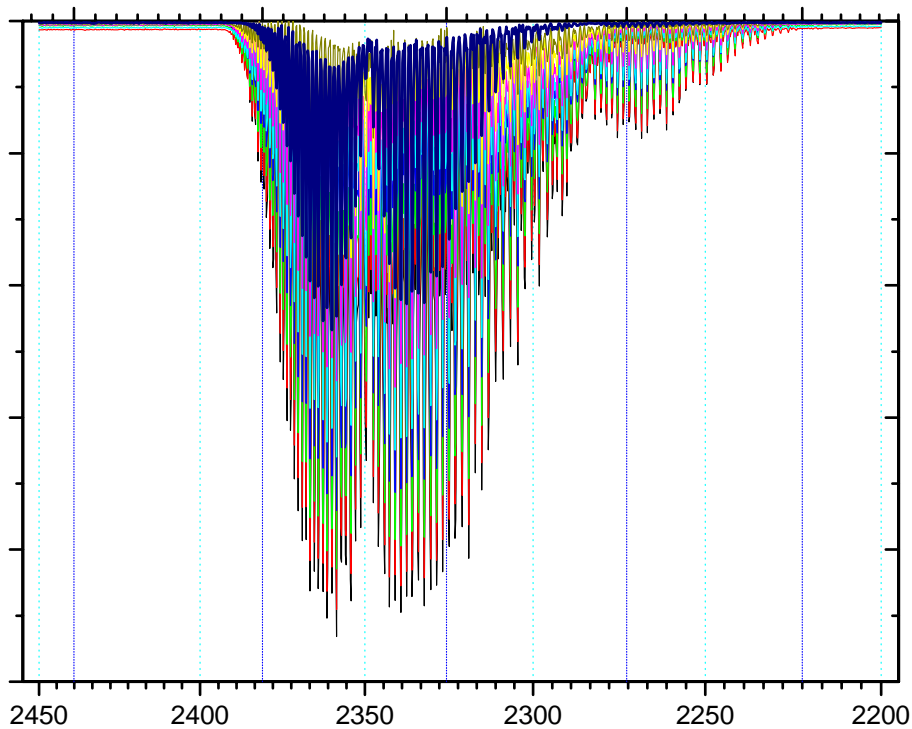


Anleitung zum Fortgeschrittenen Praktikum:

# Fourier-Infrarot-Spektroskopie von Molekülschwingungen



Ansprechpartner:

Dipl.-Phys. Björn Braunschweig

[B.Braunschweig@pe.tu-clausthal.de](mailto:B.Braunschweig@pe.tu-clausthal.de) ; Tel: 05323/72-3117 ; Raum 214

# 1 Einleitung

Die Infrarot-Spektroskopie hat sich in den letzten Jahrzehnten als unverzichtbares Hilfsmittel in der Substanzanalyse erwiesen, da die Schwingungsformen der untersuchten Moleküle außerordentlich charakteristisch sind. Durch die Bestimmung von Rotations- und Schwingungsübergängen können Rückschlüsse u.a. auf die Symmetrie der Bewegung und der Anordnung der Atome innerhalb der untersuchten Materie gezogen werden. Für die Aufklärung der molekularen Struktur unbekannter Substanzen kann ausgenutzt werden, dass bestimmte atomare Anordnungen (Molekülgruppen) *immer* ähnliche Schwingungsmuster ausbilden. Diese bestehen aus Schwingungsbanden, deren relative und absolute Lage sich in einem festen Frequenzintervall befindet. Durch vergleichende Messungen lassen sich auch Aussagen über Zusammensetzung, Konzentration und/oder Absorptionsstärke gewinnen.

Allerdings kann nicht jeder Übergang zwischen zwei Schwingungsniveaus mit der Infrarot-Spektroskopie detektiert werden. Damit das elektrische Feld der Lichtwelle an den entsprechenden Übergang ankoppeln kann, muss sich während des Übergangs das elektrische Dipolmoment im Molekül ändern. Schwingungsübergänge für die das nicht gilt, sind nur über Streuvorgänge mittels Raman-Spektroskopie nachweisbar. Welche Schwingungsbande wie nachweisbar und welcher Bewegungsform dieser zuzuordnen ist (z.B. symmetrische oder antisymmetrische Streck- oder Biegeschwingung . . . ), muss im Einzelfall über Berechnungen und Simulationen ermittelt werden.

Für die Aufnahme von Infrarot-Spektren stehen prinzipiell zwei verschiedene Gerätetypen zur Verfügung. Bei dispersiven Geräten wird das Licht der Lichtquelle zunächst spektral aufgespalten (z.B. Ausnutzung der Dispersion eines Gitters), so dass das Absorptionsverhalten bei einer definierten Wellenlänge direkt bestimmt werden kann. Das Spektrum ermittelt sich dann durch die Variation der eingestrahlten Wellenlänge. Im Gegensatz dazu werden bei interferometrischen Geräten alle Wellenlängen gleichzeitig auf die Probe geschickt. Die spektralen Informationen stecken im Verlauf des Interferogramms und können über FFT („Fast Fourier Transformation“) bestimmt werden. Die hohe Präzision der Messung und die schnellen Zugriffszeiten haben dazu geführt, dass heutzutage beinahe ausschließlich Fourier-Transform-Infrarot-Spektrometer verwendet werden.

## 2 Ziel des Versuchs

Der Versuch verfolgt zwei verschiedene Zielsetzungen. Zum einen soll der Umgang und die Technik eines FTIR-Spektrometers erlernt, zum anderen soll ein grundlegendes Verständnis für den Informationsgehalt von IR-Spektren erlangt werden.

Im Gegensatz zur Arbeit mit dispersiven Spektrometern ist die spektrale Information bei Fourier-Transform Geräten nicht unmittelbar zugänglich. Daher sind die eingehende Betrachtung und die Beschreibung der Interferogramme von Filterspektren ein wesentlicher Aspekt des Versuchs. Im Idealfall führt dies zu dem Verständnis warum aus dem Interferogramm über Fourier-Transformation das Spektrum gewonnen werden kann.

Die Wechselwirkung von Strahlung mit Materie ist ebenso vielfältig wie informativ. Je nach Wellenlängenbereich der verwendeten Strahlung sind unterschiedliche physikalische Parameter zugänglich. Beispielsweise können mit Röntgenstrahlung Kenntnisse über die (kristalline) Struktur der Materie gewonnen, mit UV- und sichtbarer Strahlung elektronische Übergänge studiert und mit infrarotem Licht Schwingungen untersucht werden. Die im vorliegenden Versuch untersuchten Gase bestehen aus kleinen Molekülen und ermöglichen damit ein fundamentales Verständnis des Zusammenhangs von molekularer Bewegung mit den beobachteten Rotations- und Schwingungsspektren. Diese Kenntnis ist essenziell für Untersuchung komplexerer Materie wie Festkörper oder Flüssigkeiten (z.B. Wasser).

## 3 Aufgaben

Ermittlung charakteristischer Werte des HCl-Moleküls

1. Bestimmen Sie die Grundswingungsbande des HCl.
2. Bestimmen Sie die Rotationskonstanten und daraus den Kernabstand des HCl Moleküls.
3. Ermitteln Sie die Schwingungsbande der 1. Oberschwingung von  $HCl$
4. Bestimmen Sie die Rotationskonstanten der 1. Oberschwingung.
5. Ermitteln Sie aus den Ergebnissen zu 1. und 3. die 'Federkonstante' des HCl-Moleküls.
6. Bestimmen Sie aus den hochaufgelösten FTIR-Spektren das Isotopenverhältnis der beiden stabilen Chlorisotope  $^{35}\text{Cl}$  und  $^{37}\text{Cl}$
7. Zeigen Sie, dass die 'Federkonstante' unabhängig vom Chlorisotop ist!

## 4 Experimentelle Durchführung

### 4.1 Einschaltprozedur

- a) Druckluftzufuhr für den Scanner (= beweglicher Spiegel des Interferometers) auf etwa 1,5 ... 2 bar einregeln.
- b) Einschalten der Kühlung des Spektrometers (Stecker in die Steckdose)

- c) Einschalten des Spektrometers (Powerknopf an der Vorderseite des Elektronik-Moduls), dabei darauf achten, dass die Lichtquelle ebenfalls eingeschaltet ist (mittlerer Knopf: MIR)
- d) Hochfahren des Computers
- e) Einschalten der Vakuumpumpe, wobei die Ventile (zwischen Pumpe und Rezipient) noch geschlossen bleiben sollen (Spektrometer und Küvette werden noch nicht evakuiert)
- f) Gehen Sie mit dem Versuchsbetreuer die einzelnen Komponenten des FTIR Spektrometers durch und evakuieren Sie anschließend das Spektrometer mit Küvette.

## 4.2 Ablauf der Messungen

- Messen Sie ein Untergrundspektrum der 'leeren' Küvette bei evakuiertem Spektrometer.
- Lassen Sie sich die Küvette vom Versuchsbetreuer mit HCl-Gas befüllen und bauen Sie diese wieder in das Spektrometer ein und evakuieren Sie dieses erneut.
- Nehmen Sie die Spektren der HCl Grundschiwingung und der ersten Oberschiwingung auf.

## 5 Hinweise zur Lösung der Aufgaben

Die Auswertung der gewonnenen Spektren mit dem Programm „Origin“ ist unbedingt empfehlenswert, da es eine automatische Bestimmung der Peaklagen ermöglicht. Eine manuelle Auswertung mit anderen Programmen (z.B. Excel) ist ebenso möglich, aber deutlich zeitaufwendiger.

Im Zuge der Auswertung ist die Bestimmung der Abstände benachbarter Spektrallinien für den R- und den P-Zweig in Abhängigkeit von der zugeordneten Rotationsquantenzahl  $J$  notwendig. Sinnvoll ist hier die Bestimmung mit einer Geradengleichung (lineare Regression) in der Form:

$$\Delta\tilde{\nu}_{R,P}(J) = \Delta\tilde{\nu}_{R,P}(0) - m \cdot J \quad ,$$

wobei auf das korrekte Vorzeichen der Steigung zu achten ist. Diese Methode hat den Vorteil, dass jeder Messwert berücksichtigt und der statistische Mittelwert als Ergebnis gebildet wird. Ein Literaturwert für die Kraftkonstante und die Eigenfrequenz findet sich beispielsweise im „Handbook of Chemistry and Physics“ in der Bibliothek.

## 6 Vorbereitende Literatur

- Hellwege „Physik der Molekeln“ (Sehr hilfreich!!!)
- Demtröder „Experimentalphysik 3“
- Günzler „Einführung in die Infrarot-Spektroskopie“

# EG-SICHERHEITSDATENBLATT nach TRGS 220

Stoff:

**Hydrogenchlorid**

Seite: 1/2

SDB Nr: 069

Version: 1.60

 Datum: 01.01.2005  
 Ersetzt SDB vom: 01.07.2004

## 1 STOFF/ZUBEREITUNGS- UND FIRMENBEZEICHNUNG

Sicherheitsdatenblatt-Nr. 069  
 Produktname Hydrogenchlorid  
 Handelsname Chlorwasserstoff  
 Chemische Formel HCl  
 Hersteller/Lieferant Air Liquide Deutschland GmbH  
 (\*) Telefon (00211/6699-0  
 (\*) Telefax (00211/6699-222  
 (\*) Straße Hans-Günther-Sohl-Straße 5  
 (\*) Postleitzahl/Ort 40235 Düsseldorf  
 NOTRUF-NUMMER: 0 21 51 / 39 86 68

## 2 ZUSAMMENSETZUNG/ANGABEN ZU BESTANDTEILEN

Stoff/Zubereitung Stoff  
 CAS-Nr. 7647-01-0  
 EINECS-Nr. 231-595-7

## 3 MÖGLICHE GEFAHREN

Gefahrenhinweise  
 Verflüssigtes Gas. Giftig beim Einatmen. Wirkt ätzend auf Augen, Atmungssystem und Haut.

## 4 ERSTE-HILFE-MASSNAHMEN

**Einatmen**  
 Giftig beim Einatmen. Das Opfer ist unter Benutzung eines umluftunabhängigen Atemgerätes in frische Luft zu bringen. Warm und ruhig halten. Arzt hinzuziehen. Bei Atemstillstand künstliche Beatmung.

**Haut- und Augenkontakt**  
 Kann schwere Verätzungen der Haut und der Hornhaut verursachen. Geeignete Maßnahmen der Ersten Hilfe sollten sofort verfügbar sein. Vor Benutzung des Produkts ist ärztlicher Rat einzuholen. Arzt hinzuziehen. Benetzte Kleidung entfernen. Benetzte Körperteile mindestens 15 Minuten mit Wasser spülen. Die Augen sofort mindestens 15 Minuten mit Wasser spülen.

**Verschlucken**  
 Verschlucken wird nicht als möglicher Weg der Exposition angesehen.

## 5 MASSNAHMEN ZUR BRANDBEKÄMPFUNG

**Geeignete Löschmittel**  
 Alle bekannten Löschmittel können benutzt werden.

**Spezielle Verfahren**  
 Wenn möglich, Gasaustritt stoppen. Behälter entfernen oder mit Wasser aus geschützter Position kühlen.

**Gefährliche Verbrennungsprodukte**  
 Keine, die giftiger sind als das Produkt selbst.

**Spezielle Schutzausrüstung**  
 Umluftunabhängiges Atemgerät und Chemieschutzanzug benutzen.

## 6 MASSNAHMEN BEI UNBEABSICHTIGTER FREISETZUNG

**Personenbezogene Vorsichtsmaßnahmen**  
 Gebiet räumen. Umluftunabhängiges Atemgerät und Chemieschutzanzug benutzen. Für ausreichende Lüftung sorgen.

**Umweltschutzmaßnahmen**  
 Versuchen, den Gasaustritt zu stoppen. Eindringen in Kanalisation, Keller, Arbeitsgruben oder andere Orte, an denen die Ansammlung gefährlich sein könnte, verhindern.

Dämpfe mit Wasserdampf oder feinem Sprühstrahl niederschlagen.

**Reinigungsmethoden**  
 Den Raum belüften. Von dem Gas berührte Ausrüstung oder die Umgebung des Leckes mit reichlich Wasser abspülen. Den Bereich mit Wasser bespritzen.

## 7 HANDHABUNG UND LAGERUNG

**Handhabung**  
 Eindringen von Wasser in den Gasbehälter verhindern. Rückströmung in den Gasbehälter verhindern. Nur solche Ausrüstung verwenden, die für dieses Produkt und den vorgesehenen Druck und Temperatur geeignet ist. Im Zweifelsfall den Gaslieferanten konsultieren. Bedienungsanleitung des Gaslieferanten beachten. Druckbehälter (Druckgasflaschen) gegen Umfallen sichern.

**Lagerung**  
 Behälter bei weniger als 50°C an einem gut gelüfteten Ort lagern. Druckbehälter (Druckgasflaschen) gegen Umfallen sichern.

## 8 EXPOSITIONSBEGRENZUNG UND PERSÖNLICHE SCHUTZAUSRÜSTUNGEN

**Zulässiger nationaler Expositionswert**  
 Deutschland: MAK-Wert: 8 mg/m<sup>3</sup>

**Persönliche Schutzmaßnahmen**  
 Geeigneten Chemieschutzanzug für Notfälle bereithalten. Umluftunabhängiges Atemgerät für Notfälle bereithalten. Beim Umgang mit dem Produkt nicht rauchen. Angemessene Lüftung sicherstellen. Augen, Gesicht und Haut vor Flüssigkeitsspritzern schützen.

**Persönliche Schutzausrüstungen**  
**Atemschutz**  
 umluftunabhängiges Atemschutzgerät.

**Handschutz**  
 Neopren-Handschuhe.

**Augenschutz**  
 dichtschießende Schutzbrille.

**Körperschutz**  
 ggf. dichtschießender Schutzanzug. Beim Umgang mit Gasflaschen Sicherheitsschuhe tragen.

## 9 PHYSIKALISCHE UND CHEMISCHE EIGENSCHAFTEN

**Aussehen**  
 Farbloses Gas. Entwickelt an feuchter Luft weißen Nebel.

**Geruch**  
 Stechend.

**Molare Masse**  
 36,5

**Zustand bei 20 °C**  
 verflüssigtes Gas

**Siedepunkt**  
 -85 °C

**Schmelzpunkt**  
 -114 °C

**Zündtemperatur**  
 Nicht zutreffend.

**kritische Temperatur**  
 51,4 °C

**Explosionsgrenzen (Vol.% in Luft)**  
 Nicht brennbar.

**Dampfdruck bei 20°C**  
 42,6 bar

**Relative Dichte, gasf. (Luft=1)**  
 1,3

**Löslichkeit in Wasser**  
 Hydrolysiert.

**Sonstige Angaben**  
 Gase und Dämpfe sind schwerer als Luft. Sie können sich in geschlossenen Räumen ansammeln, insbesondere am Fußboden oder in tiefergelegenen Bereichen.

**10 STABILITÄT UND REAKTIVITÄT**

## Stabilität und Reaktivität

Reagiert mit den meisten Metallen in Anwesenheit von Feuchtigkeit, wobei hochentzündlicher Wasserstoff entsteht. Verursacht mit Wasser schnelle Korrosion einiger Metalle. Bildet mit Wasser ätzende Säuren. Kann mit Laugen heftig reagieren. Einwirkung von Feuer kann Bersten/Explodieren des Behälters verursachen.

**11 ANGABEN ZUR TOXIKOLOGIE**

## Allgemeines

Mit Verzögerung ist tödliches Lungenödem möglich. Schwere Verätzung der Haut, Augen, und Atmungsorgane bei höheren Konzentrationen.

LC50/1h (ppm) 2810 ppm

**12 ANGABEN ZUR ÖKOLOGIE**

## Allgemeines

Kann den pH-Wert wässriger, ökologischer Systeme verändern. Giftig für Wasserlebewesen.

## Wassergefährdungsklasse (WGK)

WGK 1 - schwach wassergefährdend.  
(gemäß VwVwS, Anhang 2)

**13 HINWEISE ZUR ENTSORGUNG**

## Allgemeines

Nicht in die Atmosphäre ablassen. Nicht in die Kanalisation, Keller, Arbeitsgruben und ähnliche Plätze, an denen die Ansammlung des Gases gefährlich werden könnte, ausströmen lassen. Rückfrage beim Gaslieferanten, wenn eine Beratung nötig ist.

## Abfallschlüssel/Abfallbezeichnung (AVV)

16 05 04 gefährliche Stoffe enthaltende Gase in Druckbehältern (einschließlich Halone)

**14 ANGABEN ZUM TRANSPORT****Landtransport**

## • ADR/RID:

Klasse: 2  
Klassifizierungscode: 2 TC  
Gefahrnummer: 268  
UN-Nr.: 1050  
Gefahrzettel: 2.3 + 8  
Bezeichnung des Gutes: Chlorwasserstoff, wasserfrei

**Seeschifftransport**

## • IMDG:

Klasse: 2.3  
UN-Nr.: 1050  
Gefahrzettel: 2.3 + 8  
EmS: F-C, S-U  
Bezeichnung des Gutes: Chlorwasserstoff, wasserfrei

**Lufttransport**

## • ICAO/IATA-DGR:

Klasse: 2.3  
UN/ID-Nr.: UN 1050  
Gefahrzettel: 2.3 + 8  
Bezeichnung des Gutes: Chlorwasserstoff, wasserfrei

## Weitere Transportinformation

Nur in Fahrzeugen transportieren, deren Laderaum von der Fahrerkabine getrennt ist. Der Fahrer muss die möglichen Gefahren der Ladung kennen und er muss wissen, was bei einem Unfall oder Notfall zu tun ist. Gasflaschen vor dem Transport sichern. Das Flaschenventil muss geschlossen und dicht sein. Die Ventilverschlussmutter oder der Verschlussstopfen (soweit vorhanden) muss korrekt befestigt sein. Die Ventilschutzeinrichtung muss korrekt befestigt sein. Ausreichende Lüftung sicherstellen. Geltende Vorschriften beachten.

**15 VORSCHRIFTEN**

Index-Nummer in Anhang der Direktive 67/458  
017-002-00-2

## EG-Klassifizierung

(gemäß Direktive 67/548/EWG)  
T; R23 | C; R35

## EG-Kennzeichnung

(gemäß Direktive 67/548/EWG)

Symbole T Giftig  
C Ätzend

R-Sätze 23-35

S-Sätze 9-26-36/37/39-45

“ EG-Kennzeichnung “

## Hinweise auf die besonderen Gefahren

R23 Giftig beim Einatmen  
R35 Verursacht schwere Verätzungen

## Sicherheitsratschläge

S9 Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren  
S26 Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren  
S36/37/39 Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung, Schutzhandschuhe und Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen  
S45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich dieses Etikett vorzeigen)

## Nationale Vorschriften:

Betriebssicherheitsverordnung (BetSichV) ersetzt  
*Druckbehälterverordnung (DruckbehV)*:  
Technische Regeln Druckbehälter (TRB),  
Technische Regeln Druckgase (TRG);  
Unfallverhütungsvorschriften (BGV).  
Gefahrstoff-Verordnung (GefStoffV)  
Verwaltungsvorschrift wassergefährdende Stoffe (VwVwS)

**16 SONSTIGE ANGABEN**

Alle nationalen/örtlichen Vorschriften beachten. Es ist sicherzustellen, dass die Mitarbeiter das Vergiftungsrisiko beachten. Träger von Atemgeräten müssen entsprechend trainiert sein. Bevor das Produkt in irgendeinem neuen Prozess oder Versuch benutzt wird, sollte eine sorgfältige Studie über die Materialverträglichkeit und die Sicherheit durchgeführt werden.

Die Angaben sind keine vertraglichen Zusicherungen von Produkteigenschaften. Sie stützen sich auf den heutigen Stand der Kenntnisse.

Änderungen bzw. Ergänzungen zu vorhergehenden Versionen sind mit einem (\*) gekennzeichnet.