

Versuch 7

FT-IR-Spektroskopie

1 Einführung

Die Infrarot-Spektroskopie zählt zu den ältesten und am weitesten verbreiteten spektroskopischen Untersuchungsmethoden für Festkörper. Sie basiert auf der Absorption von Licht aus dem Spektrum einer Lichtquelle. Die absorbierten Wellenlängen sind charakteristisch für die untersuchte Verbindung. Man kann fast jeden Bereich des elektromagnetischen Spektrums nutzen; in der IR-Spektroskopie sind jedoch nur die Wellenlängen zwischen 3 cm^{-1} und 12500 cm^{-1} betrachtet. Man unterscheidet folgende Wellenlängenbereiche:

- fernes Infrarot ($3 - 400\text{ cm}^{-1}$),
- mittleres Infrarot ($400 - 4000\text{ cm}^{-1}$)
- nahes Infrarot ($4000 - 12\,500\text{ cm}^{-1}$)

Im fernen Infrarot wird die Absorption der IR-Strahlung durch die Anregung von Gitterschwingungen hervorgerufen während im mittleren Infrarot charakteristische Schwingungen detektiert werden, die auf intramolekulare Bewegungen zurückzuführen sind. Die IR-Spektroskopie wird daher auch häufig für analytische Zwecke eingesetzt. Durch Bestimmung von Bandenlagen und Intensitäten in einem IR-Spektrum lassen sich neue Substanzen charakterisieren, unbekannte identifizieren und bekannte auf ihre Reinheit überprüfen.

Ein entscheidender Fortschritt in der modernen IR-Spektroskopie ist durch die Entwicklung von Fourier-Transform-Spektrometern gelungen. Im Folgenden werden zunächst die Grundlagen der FTIR-Spektroskopie erläutert. Im Anschluss daran werden der Aufbau des im Rahmen des Praktikums verwendeten Spektrometers und die Durchführung der Messungen beschrieben.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Absorption

Aus der Elektrizitätslehre ist bekannt, dass bewegte elektrische Ladungen magnetische Felder induzieren können. Umgekehrt können Änderungen im magnetischen Fluss die Entstehung eines elektrischen Feldes bewirken. Geraten die elektrischen Ladungen in Schwingung verursacht dies eine periodische Änderung der elektromagnetischen Felder, die sich dann als elektromagnetische Wellen geradlinig mit Lichtgeschwindigkeit im Raum ausbreiten. Der Wellenlängenbereich des elektromagnetischen Spektrums umfasst eine weite Skala und reicht von den Gamma-Strahlen bis zu den Radiowellen. Die Energie und Frequenz der elektromagnetischen Strahlung werden in der Bohrschen Frequenzbedingung miteinander verknüpft:

$$\Delta E = h\nu = h \frac{c}{\lambda}, \quad (1)$$

wobei h das Planck'sche Konstante, c die Lichtgeschwindigkeit, ν die Frequenz der Strahlung und λ die Wellenlänge der Strahlung sind. In der IR-Spektroskopie wird häufig anstelle der Wellenlänge die Wellenzahl, $\bar{\nu}$ (in cm^{-1}), verwendet. Sie beschreibt die Anzahl der elektromagnetischen Wellen in einer Strecke von 1 cm und steigt linear mit der Energie.

Spektralbereich	Radiowellen			Mikrowellen		Infrarot			Sichtbar UV Röntgen		
						FIR	MIR	NIR			
Wellenlänge [m]	10	1	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}	10^{-7}	10^{-8}	10^{-9}
Anregung	Molekülrotation					Molekül-Schwingung			Elektronenanregung		

Trifft eine elektromagnetische Welle auf Materie, kann es durch Wechselwirkung zum Energieaustausch kommen. Wird die Energie absorbiert, können Atome oder Moleküle vom Grundzustand in den angeregten Zustand übergehen. Die Energiedifferenz zwischen Grundzustand und angeregtem Zustand, ΔE , entspricht dabei der Energie der absorbierten Strahlung (Photonen) und steht in engem Zusammenhang mit dem Bau der Atome bzw. Moleküle. Wechselwirkungen zwischen elektromagnetischer Strahlung und dem Molekül können jedoch nur dann auftreten, wenn im Molekül bewegte elektrische Ladung zur Verfügung steht. Dies ist dann der Fall, wenn sich das Dipolmoment des Moleküls aufgrund von Schwingungen periodisch ändert.

2.2 Spektrometer

Die FT-IR Methode basiert auf der Idee von A. Michelson: Zwei Strahlen werden zur Interferenz gebracht. Durch Variation der jeweiligen Weglängen wird die resultierende Intensität der Interferenz in einem Interferogramm dargestellt. Durch mathematische Fourier Transformation wird aus dem Interferogramm das übliche IR-Spektrum erzeugt.

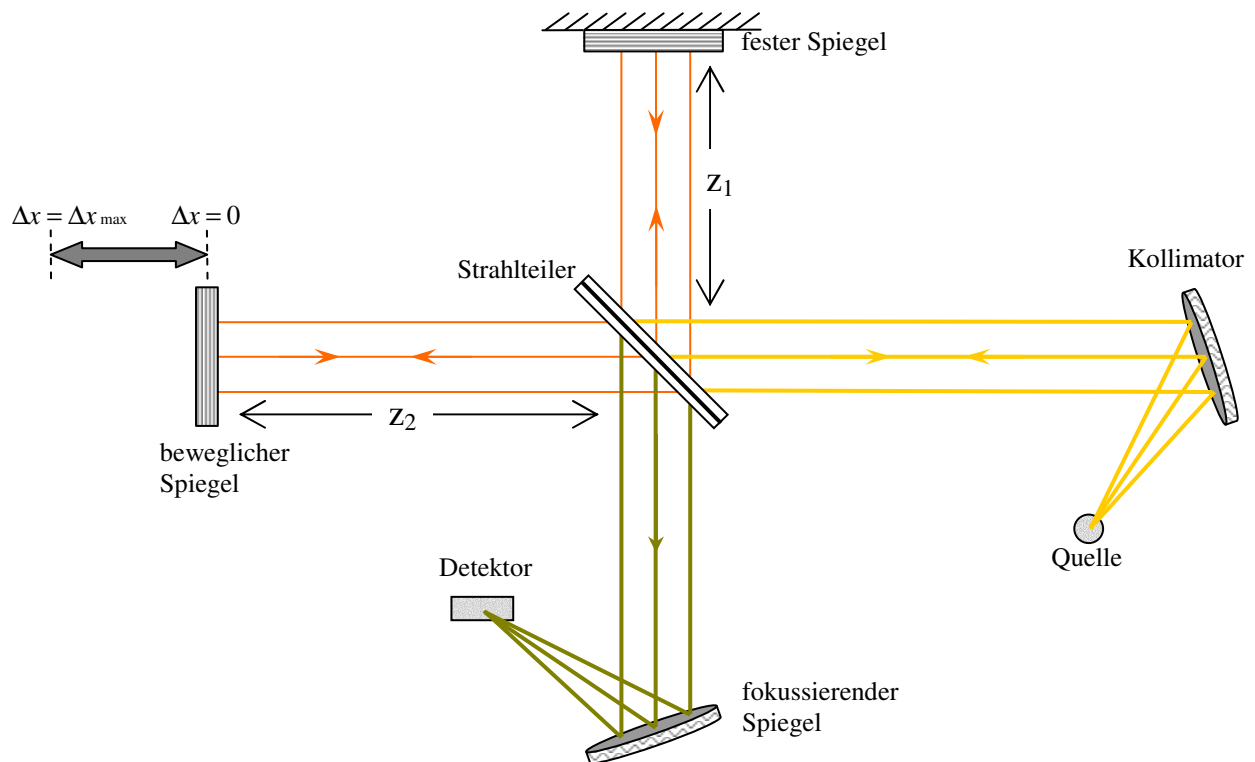


Abbildung 1: Schematische Darstellung eines Michelson-Interferometers.

Ein Spektrometer besteht aus einer Strahlenquelle, einem Interferometer, einer Messzelle, einem Detektor und der notwendigen Elektronik und Datenverarbeitung. Herzstück des im Praktikum verwendeten Spektrometers ist das Michelson-Interferometer (Abbildung 1). Es besteht aus zwei Spiegeln, einem feststehenden und einem beweglichen, und einem Strahlteiler. Das emittierte Licht der Lichtquelle wird zunächst am Kollimator zu einem parallelen Lichtbündel umgewandelt und trifft dann auf den Strahlteiler. An dem halbdurchlässigen Strahlteiler wird das Licht in zwei Strahlen aufgeteilt. Ein Teil des Lichtes wird durch eine dünne Schicht eines Materials mit hoher Brechzahl (bevorzugt Germanium oder Silizium) im Strahlteiler reflektiert während der andere Teil durch sie hindurchtritt. Idealerweise besitzen beide Teilstrahlen jeweils 50% der eingestrahnten Intensität. Die Trägerplatte besteht aus Alkalihalogeniden (zwischen 400 cm^{-1} und 4000 cm^{-1} KBr), die im IR geringe Aktivität aufweisen [8].

Der reflektierte Teilstrahl fällt nach Durchlaufen einer bekannten Wegstrecke z_1 auf den festen Spiegel und wird zurück zum Strahlteiler reflektiert. Dadurch beträgt die zurückgelegte

Wegstrecke $2z_1$ (Hin- und Rückweg). Der andere Strahl trifft nach z_2 auf den beweglichen Spiegel. Die Weglänge setzt sich aus z_1 und der Verschiebung des Spiegels um Δx zusammen: $z_2 = z_1 + \Delta x$. Nach Reflektion zurück zum Strahlteiler hat der zweite Strahl $2(z_2 + \Delta x)$ zurückgelegt und die optische Weglänge ist verändert. Die Differenz $2\Delta x$ bezeichnet man als optische Wegdifferenz δ . Beide Strahlen werden beim Auftreffen auf den Strahlteiler wiederum aufgeteilt und bei zwei Strahlen kommt es zur Rekombination und damit zur Interferenz (grüner Teilstrahl in Abb. 1). Durch die unterschiedlichen Weglängen kommt es zur Phasendifferenz zwischen den beiden Teilstrahlen, was letztendlich zur Änderung der Intensität führt.

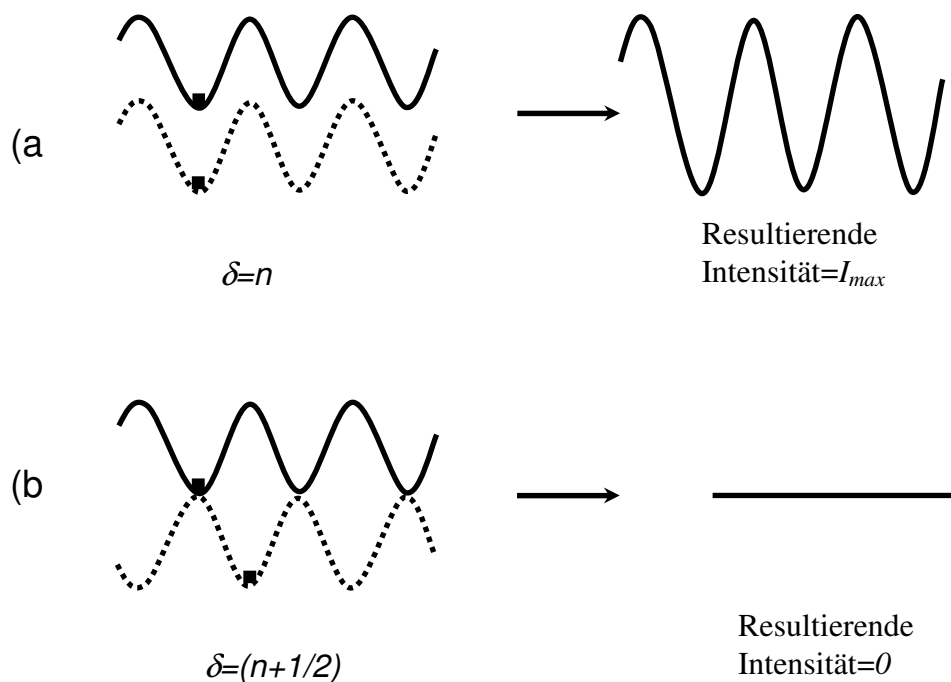


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Phase der vom festen Spiegel (durchgezogene Linie) und vom beweglichen Spiegel (gestrichelte Linie) reflektierten elektromagnetischen Wellen für unterschiedliche optische Wegdifferenzen δ : (a) $\delta = n\lambda$; (b) $\delta = (n + 1/2)\lambda$ für $n = 0, 1, 2, 3, \dots$.

Für die weitere Betrachtung wird zunächst angenommen dass die Quelle monochromatisches Licht mit der Wellenlänge λ_1 emittiert (wie z. B. ein Laser). Haben beide Spiegel den gleichen Abstand zum Strahlteiler, also $\delta = 0$ und $z_2 = z_1$, sind beide Teilstrahlen exakt in Phase und die Wellenberge addieren sich (konstruktive Interferenz, s. Abb. 2 a). Verschiebt man den beweglichen Spiegel um eine Strecke $\lambda_1/4$ und erzeugt so eine optische Wegdifferenz $\delta = \lambda_1/2$, so sind die Strahlen am Strahlteiler exakt außer Phase und interferieren destruktiv (Abb. 2 b). Bei einer weiteren Verschiebung des beweglichen Spiegels um $\lambda_1/4$ beträgt die optische Wegdifferenz der beiden Teilstrahlen $\delta = \lambda_1$ und sie interferieren wieder konstruktiv. Die zum Detektor in Abhängigkeit von δ gelangende Intensität bezeichnet man als Interferogramm. Bei monochromatischem Licht ist die Intensität eine periodische (cos-) Funktion von δ . Dies soll im folgenden auch quantitativ gezeigt werden.

Die am Strahlteiler interferierenden Teilstrahlen sind ebene elektromagnetische Wellen mit den Feldstärken¹:

$$\hat{\underline{E}}(z, t) = \frac{1}{2} \underline{E}_0 [i(\omega t - 4\pi \bar{\nu}_1 z)], \quad (2)$$

wobei z für z_1 bzw. z_2 steht. Mit $\bar{\nu}_1 = 1/\lambda_1$ wird die Wellenzahl bezeichnet.

Durch Addition der elektrischen Feldstärken dieser beiden Wellenzüge erhält man für die elektrische Feldstärke $\hat{\underline{E}}_R$ des resultierenden Strahls:

$$\hat{\underline{E}}_R(z_1, z_2, t) = \frac{1}{2} \underline{E}_0 \{ \exp[i(\omega t - 4\pi \bar{\nu}_1 z_1)] + \exp[i(\omega t - 4\pi \bar{\nu}_1 z_2)] \}. \quad (3)$$

Die Intensität $I'(z_1, z_2)$ des rekombinierten Strahls ist proportional zum Betragsquadrat der komplexen Feldstärke $\hat{\underline{E}}_R(z_1, z_2, t)$:

$$\begin{aligned} I'(z_1, z_2) &= \frac{1}{2} c \varepsilon_0 |\hat{\underline{E}}_R(z_1, z_2, t)|^2 \\ &= \frac{1}{4} c \varepsilon_0 E_0^2 \{1 + \cos[4\pi(z_1 - z_2)\bar{\nu}_1]\} \end{aligned} \quad (4)$$

Darin ist c die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum und ε_0 die Dielektrizitätskonstante im Vakuum. Analog erhält man für die von der Strahlungsquelle emittierte Intensität $I(\bar{\nu}_1)$:

$$I(\bar{\nu}_1) = \frac{1}{2} c \varepsilon_0 E_0^2. \quad (5)$$

Durch Kombination der Gleichungen (4) und (5) erhält man für eine beliebige optische Wegdifferenz $\delta = 2(z_1 - z_2)$:

$$I'(\delta) = \frac{1}{2} I(\bar{\nu}_1) \{1 + \cos(2\pi \bar{\nu}_1 \delta)\}. \quad (6)$$

Man erkennt, dass $I'(\delta)$ sich aus einer konstanten Komponente $\frac{1}{2} \cdot I(\bar{\nu}_1)$ und aus einer sich periodisch verändernden Komponente $\frac{1}{2} \cdot I(\bar{\nu}_1) \cos(2\pi \bar{\nu}_1 \delta)$ zusammensetzt. Die spektrale Information ist jedoch nur in der veränderlichen Komponente enthalten, die auch als Interferogrammfunktion bezeichnet wird:

$$I(\delta) = \frac{1}{2} I(\bar{\nu}_1) \cos(2\pi \bar{\nu}_1 \delta). \quad (7)$$

¹ Durch „^“ werden im folgenden komplexe Größen und durch „_“ vektorielle Größen gekennzeichnet

Gleichung (7) beschreibt ein Interferogramm, wie es ein ideales Interferometer produzieren würde. Ein realer Strahlteiler halbiert den Eingangsstrahl jedoch nicht exakt, und sowohl Verstärker als auch Detektor haben frequenzabhängige Empfindlichkeiten. Deshalb wird ein Korrekturfaktor $H(\bar{\nu}_1)$ eingeführt:

$$\begin{aligned} I(\delta) &= \frac{1}{2} H(\bar{\nu}_1) I(\bar{\nu}_1) \cos(2\pi \bar{\nu}_1 \delta) \\ &= B(\bar{\nu}_1) \cos(2\pi \bar{\nu}_1 \delta). \end{aligned} \quad (8)$$

$B(\bar{\nu}_1)$ beschreibt das tatsächlich gemessene Amplitudenspektrum monochromatischen Lichts. Geht man von einer monochromatischen Strahlungsquelle zu einer Strahlungsquelle über, von der ein kontinuierliches Spektrum mit der spektralen Intensität $I(\bar{\nu})$ emittiert wird, so erhält man ein Interferogramm, das sich aus der Überlagerung der Interferogramme für jede einzelne Wellenzahl ergibt:

$$I(\delta) = \int_0^{\infty} B(\bar{\nu}) \cos(2\pi \bar{\nu} \delta) d\bar{\nu}. \quad (9)$$

Das Integral in Gleichung (9) kann man als eine Hälfte einer Fourierkorrespondenz auffassen, deren andere Hälfte gegeben ist durch:

$$B(\bar{\nu}) = \int_{-\infty}^{\infty} I(\delta) \cos(2\pi \bar{\nu} \delta) d\delta. \quad (10)$$

Nach Gleichung (10) kann man also das gesuchte Spektrum $B(\bar{\nu})$ durch Cosinus-Fouriertransformation des gemessenen Interferogramms $I(\delta)$ berechnen.

2.3 Apodisation

Die Auflösung eines Interferogramms und somit des Spektrums hängt vom maximalen Spiegelweg ab, d.h. bei unendlichem Spiegelweg (die Integration der Faltung erfolgt von 0 bis ∞) würde man die beste Auflösung erhalten. In der Praxis jedoch ist die Weglänge begrenzt. Diese Begrenzung führt zu künstlichen Nebenmaxima, die durch Apodisation (wörtlich: „Füße abschneiden“) reduziert werden können.

Mathematisch kann die Beschränkung der Weglänge dadurch ausgedrückt werden, dass man die Interferogrammfunktion einer Rechtecksfunktion $D(\delta)$ multipliziert, für die gilt:

$$D(\delta) = \begin{cases} 1 & \text{für } -\Delta \leq \delta \leq \Delta; \\ 0 & \text{für } |\delta| > \Delta. \end{cases} \quad (11)$$

Das Interferogramm wird dadurch bei Δ und $-\Delta$ abgeschnitten. Man erhält dann für Gl. (10):

$$G(\bar{\nu}) = 2 \int_{-\infty}^{\infty} D(\delta) I(\delta) \cos(2\pi\bar{\nu}\delta) d\delta. \quad (12)$$

In Gleichung (12) wird das Produkt zweier Funktionen fouriertransformiert. Dies entspricht nach dem Faltungstheorem einer Faltung der Fouriertransformierten der einzelnen Funktionen. Die Fouriertransformierte der Interferogrammfunktion $I(\delta)$ ist das Spektrum $B(\bar{\nu})$ das man erhält, wenn Δ unendlich ist.

Die Fouriertransformierte der Rechteckfunktion ist:

$$\begin{aligned} f(\bar{\nu}) &= \frac{2\Delta \sin(2\pi\bar{\nu}\Delta)}{2\pi\bar{\nu}\Delta} \\ &= 2\Delta \operatorname{sinc}(2\pi\bar{\nu}\Delta). \end{aligned} \quad (13)$$

Durch die Beschränkung der maximalen optischen Wegdifferenz erhält man aus dem gemessenen Interferogramm also ein Spektrum $G(\bar{\nu})$, für das gilt:

$$G(\bar{\nu}) = B(\bar{\nu}) * f(\bar{\nu}). \quad (14)$$

Anschaulich bedeutet dies, dass ein im wahren Spektrum $B(\bar{\nu})$ bei $\bar{\nu}_1$ auftretendes spektrales Element durch Faltung mit $f(\bar{\nu})$ die Form dieser Funktion erhält (Abbildung 3).

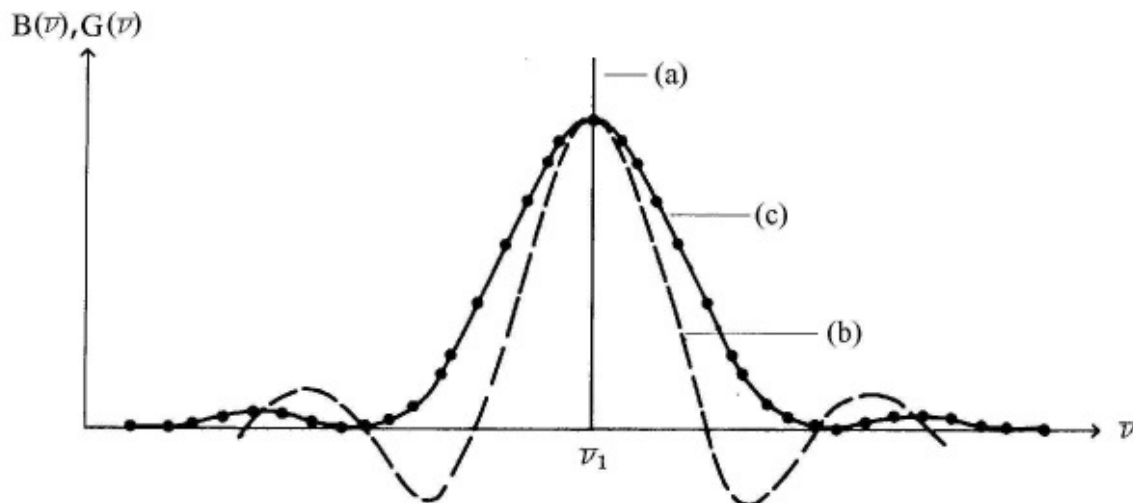


Abbildung 3: (a) wahres Spektrum $B(\bar{\nu})$, (b) durch Faltung mit $f(\bar{\nu})$ erhaltenes Spektrum $G(\bar{\nu})$ und (c) $G(\bar{\nu})$ nach Apodisation.

Die Verbreiterung bei $\bar{\nu}_1$ kann als Annäherung des unendlich schmalen Deltapeaks angesehen werden. Die benachbarten kleineren Maxima, die auftauchen, täuschen jedoch Frequenzanteile vor, die nicht vorhanden sind. Um diesen Fehler zu unterdrücken, wird die Interferogrammfunktion apodisiert, indem die Rechteckfunktion $D(\delta)$ in Gl. (11) ersetzt wird

durch eine Apodisationsfunktion $A(\delta)$. Durch diese Funktion wird das Interferogramm ebenfalls bei Δ und $-\Delta$ abgeschnitten, und zusätzlich wird die Intensität der benachbarten kleineren Maxima vermindert. Zur Apodisierung eignen sich prinzipiell Funktionen, die um $\delta = 0$ ein absolutes Maximum aufweisen, um diesen Punkt symmetrisch sind und für $|\delta| > 0$ den Wert Null haben. Abb. 4 zeigt Beispiele für Apodisationsfunktionen und deren Auswirkung auf ein Interferogramm (H. Günzler, H. M. Heise, „IR-Spektroskopie“, 3. Auflage, VCH Weinheim, 1996, S. 86).

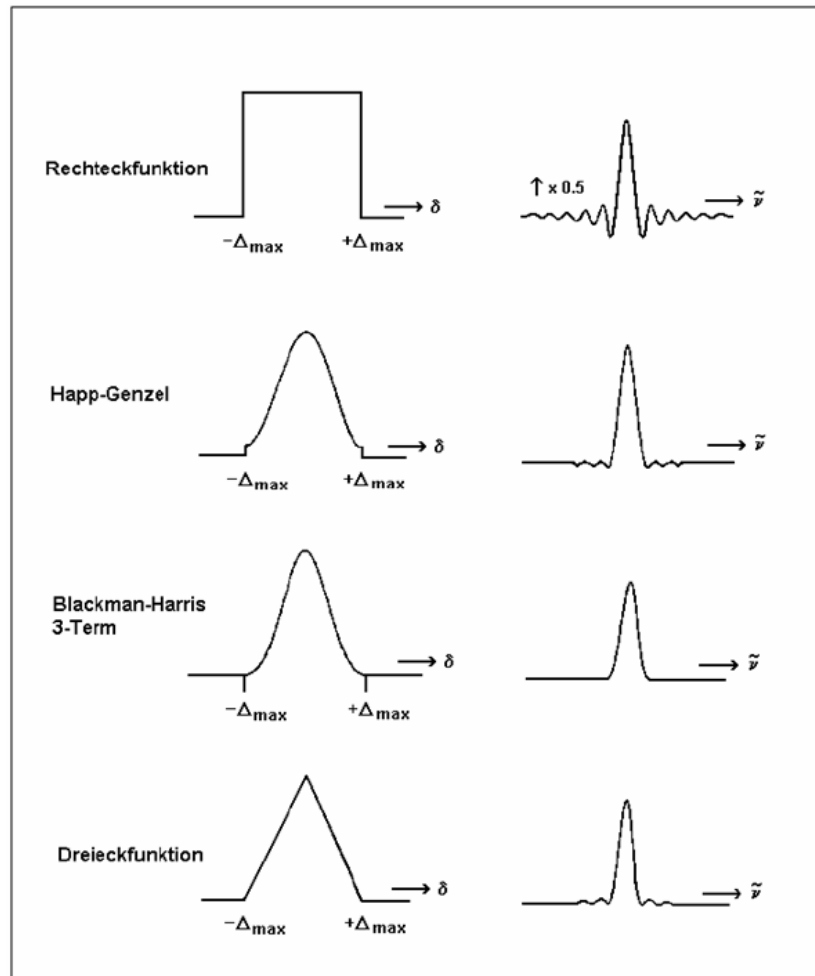


Abbildung 4: Beispiele für Apodisationsfunktionen und deren Auswirkung auf das Interferogramm

In Abbildung 3 erkennt man, dass sich durch die Apodisation die Amplitude der Nebenmaxima deutlich verringert. Als Folge der geringfügigen Verbreiterung des Zentralmaximums verschlechtert sich jedoch die Auflösung. Es hängt deshalb von den experimentellen Anforderungen ab, ob und wie stark man das Interferogramm apodisiert. Im Versuch wird die Blackman-Harris 3-Term-Funktion verwendet:

$$D(\delta) = 0,424 + 0,497 \cos\left(\pi \frac{\delta}{\Delta}\right) + 0,079 \cos\left(2\pi \frac{\delta}{\Delta}\right) \quad (15)$$

2.3 Phasenkorrektur

Eine Grundvoraussetzung für die Anwendbarkeit von Gleichung (9) ist ein symmetrisches Interferogramm, wie es in Abbildung 5 gezeigt ist.

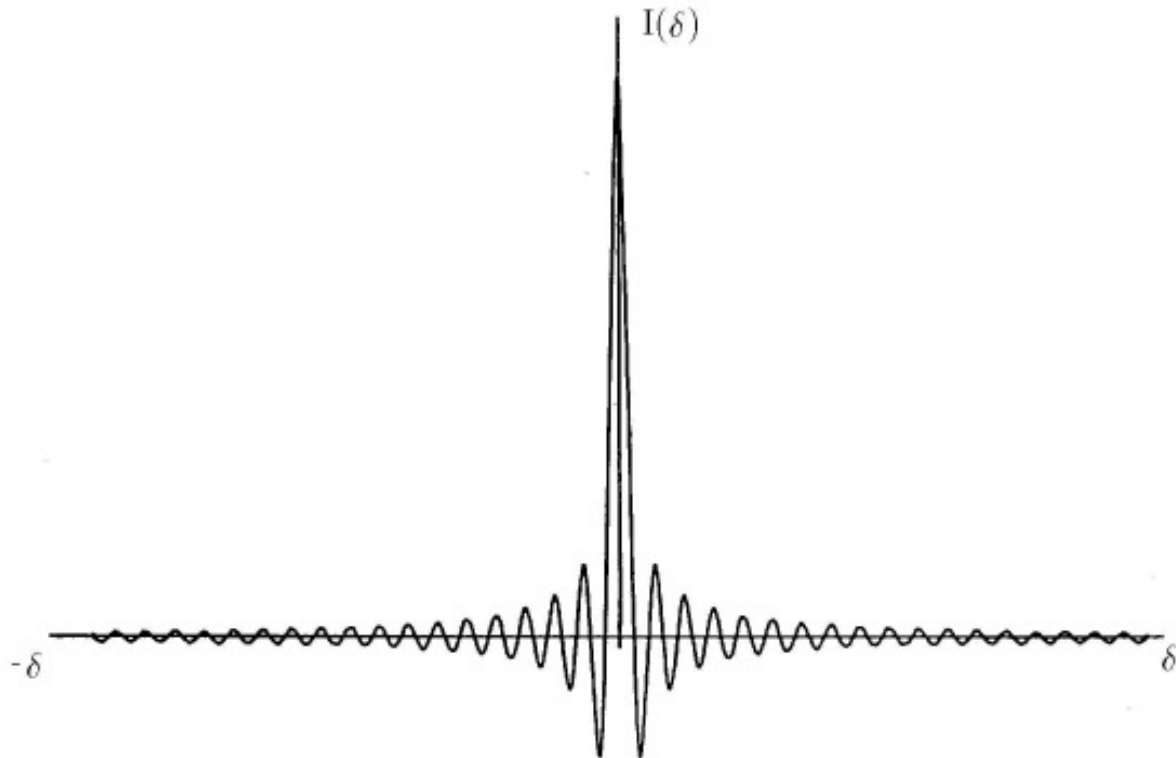


Abbildung 5: Idealisiertes symmetrisches Interferogramm einer polychromatischen Strahlungsquelle.

In der Praxis erhält man im Allgemeinen kein symmetrisches Interferogramm, da

- das Interferogramm sich aus diskreten Messwerten zusammensetzt. Es ist bei der Aufnahme dieser Messwerte nicht gewährleistet, dass exakt bei $\delta = 0$ ein Wert aufgenommen wird. Das Interferogramm kann deshalb in δ -Richtung verschoben sein.
- optische und elektronische Bauteile wellenzahlabhängige Phasenverschiebungen verursachen.

Durch Fouriertransformation eines symmetrischen Interferogramms erhält man ein komplexes Spektrum:

$$\hat{C}(\bar{\nu}) = B(\bar{\nu}) \exp[i\Phi(\bar{\nu})]. \quad (16)$$

mit der Phasenverschiebung²:

$$\Phi(\bar{\nu}) = \arctan \frac{C''(\bar{\nu})}{C'(\bar{\nu})}. \quad (17)$$

Die Phasenverschiebung $\Phi(\bar{\nu})$ hängt, wie oben erwähnt, einzig vom Messgerät und den Messbedingungen für eine Messreihe ab. Durch Aufnahme eines kurzen, doppelseitigen Interferogramms, das man komplex fouriertransformiert, kann man aus dem so erhaltenen Phasenspektrum die Phase nach Gleichung (17) für eine Messreihe berechnen.

Um den Phasenfehler zu beheben und so das reelle Spektrum $B(\bar{\nu})$ zu erhalten, führt man eine Phasenkorrektur durch. Diese Korrektur kann sowohl auf der Spektren- als auch auf der Interferogrammebene erfolgen und wird im Praktikum automatisch vom Gerät durchgeführt.

² Der Imaginärteil einer komplexen Größe wird mit einem Doppelstrich und der Realteil mit einem einfachen Strich gekennzeichnet.

3 Beschreibung des Spektrometers

Die Messungen im Rahmen dieses Versuchs werden mit dem FT-IR-Spektrometer IFS 66v/S der Firma BRUKER durchgeführt. In Abbildung 6 ist ein Skizze des Geräts dargestellt während in Abbildung 7 die Anordnung der optischen Bauteile skizziert ist. Dieses bis auf einen Druck von 1 mbar evakuierbare Spektrometer wird durch einen PC gesteuert. Dem IFS 66v/S steht als Strahlungsquelle ein SiC-Globar zur Verfügung, der elektrisch auf ~ 1500 K aufgeheizt werden kann und dann thermische Strahlung emittiert. Durch Verstellen der Iris-Blende kann der Durchmesser des auf die Probe treffenden Lichtstrahls (Apertur) zwischen 0,25 mm und 12 mm eingestellt werden.

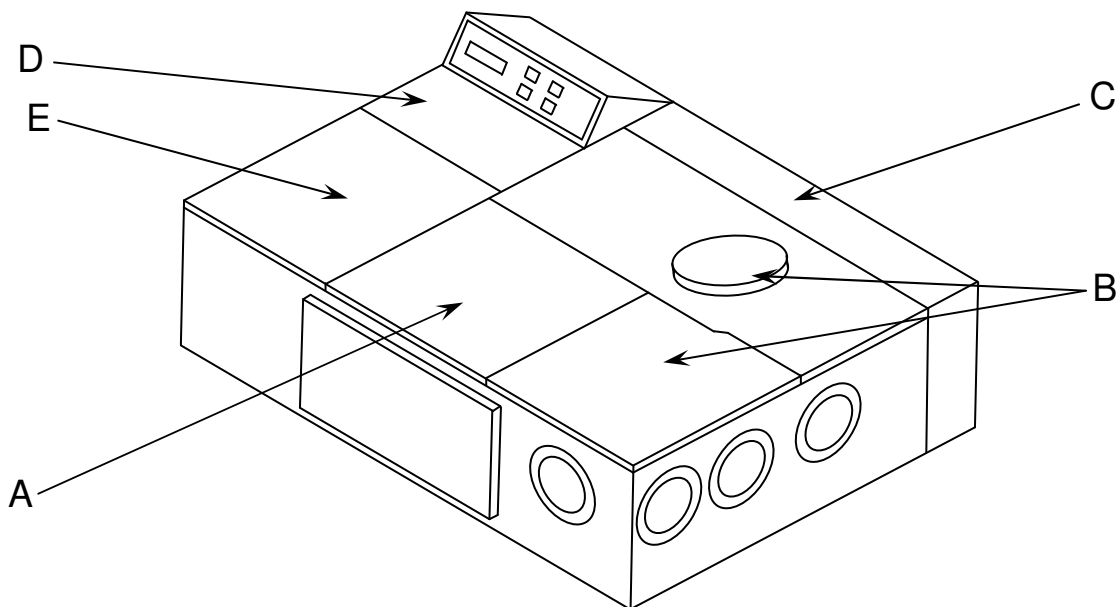


Abbildung 6: Skizze des IFS 66v/S; (A) Probenraum; (B) Interferometerkammer; (C) Laser-/Vakuumkammer; (D) Elektronikraum; (E) Detektorkammer

Als Strahlenteilmaterial im Michelson-Interferometer verwendet man im mittleren Infrarot KBr, da es im Wellenzahlbereich zwischen 450 cm^{-1} und 4000 cm^{-1} keine Absorptionsbanden aufweist. Im fernen Infrarot werden je nach zu untersuchendem Frequenzbereich unterschiedlich dicke Polyethylenterephthalat-Folien (MYLAR) eingesetzt.

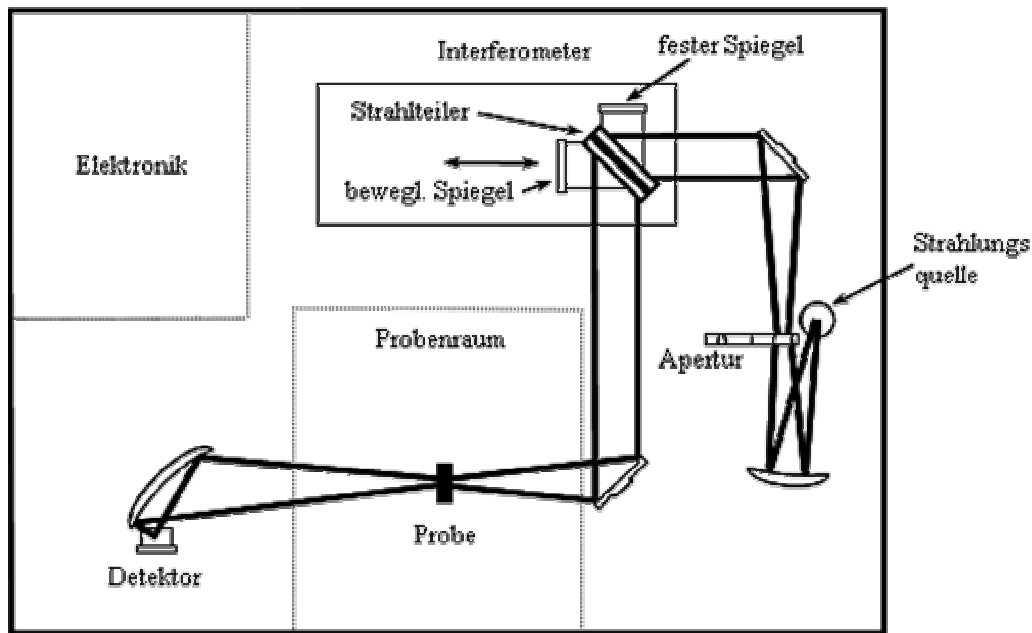


Abbildung 7: Anordnung der optischen Bauteile in der Interferometerkammer im IFS 66v/S; die durchgezogene Linie stellt den Strahlengang dar

Um die Probe exakt im Strahlengang fixieren zu können, wird die in Abbildung 8 dargestellte Probenhalterung verwendet.



Abbildung 8: beheizbarer Probenhalter für das IFS 66v/S

Bei der Messung des Transmissionsgrades wird der Lichtstrahl nach Durchlaufen der Michelson-Optik auf die Probe fokussiert und der transmittierte Anteil am Detektor gemessen.

Für das IFS 66v/S stehen drei Detektoren zur Verfügung: ein Bolometer, ein MCT-Detektor und ein DTGS-Detektor. Das Bolometer ist ein thermischer Detektor für das ferne Infrarot und wird mit flüssigem Helium gekühlt. Gemessen wird die durch die Absorption stattfindende Erwärmung. Beim MCT-Detektor (Mercury Cadmium Telluride) wird die Wechselwirkung der Photonen mit dem Halbleitermaterial HgTe-CdTe gemessen (Photoeffekt): ein auftreffender Lichtquant führt direkt zu einem messbaren Stromimpuls. Mit diesem Detektor kann man je nach Bauart einen Wellenzahlenbereich von 700 cm^{-1} bis 9700 cm^{-1} abdecken. Im Praktikum wird nur der DTGS-Detektor (deuteriertes Triglycinsulfat) verwendet, dessen Funktionsweise auf den ferroelektrischen Eigenschaften von DTGS beruht. Unterhalb seiner Curie-Temperatur kommt es zu einer spontanen elektrischen Polarisation von DTGS. Auftreffende Strahlung verändert die Polarisation und führt zu einem Spannungsstoß, dessen Stärke proportional zur Temperaturänderung bzw. Änderung der Strahlungsleistung ist. Oberhalb von 41 °C kommt es zur Depolarisation, weshalb die Arbeitstemperatur des Detektors mittels Peltier-Elementen auf -40 °C gehalten wird. Der Einsatzbereich reicht von 650 cm^{-1} bis 6000 cm^{-1} .

Die Geschwindigkeit des Spiegels kann zwischen $1,6\text{ Hz}$ und 160 Hz variiert werden. Je höher die Frequenz umso schneller (und damit effizienter) wird die Aufnahme eines Interferogramms. Voraussetzung ist allerdings, dass die Detektoren entsprechend schnell sind

4 Durchführung der Messungen

Alle Messungen werden im mittleren Infrarot durchgeführt, d.h. eine Kombination von Globar, KBr-Strahlteiler und DTGS-Detektor kommt zum Einsatz.

Zu Beginn einer Messreihe wird zunächst mit einer KBr-Referenztablette ($\sim 150\text{ mg}$) ein Phasenspektrum aufgenommen.

Anschließend soll ohne Veränderung der Messanordnung ein Absorptionsspektrum aufgenommen werden. Dazu wird die Probe in den Probenhalter eingesetzt, und es wird ein Spektrum bei Raumtemperatur aufgenommen.

5 Aufgaben

- Untersuchung des Einflusses folgender Parameter auf ein Testspektrum:
 - (a) Anzahl der Scans
 - (b) Apertur
 - (c) Spiegelgeschwindigkeit
 - (d) verschiedene Konzentrationen NaNO_2 (0,5; 3 und 10 mg)
- Ermittlung der idealen Parameter (aus dem 1. Teil) und Aufnahme von Transmissionsspektren von Natriumnitrit bei verschiedenen Temperaturen zwischen Raumtemperatur und 453 K (180 °C). In diesem Temperaturbereich tritt eine Phasenumwandlung auf.

6 Protokoll

- Fassen Sie die erhaltenen Ergebnisse zusammen und diskutieren Sie sie.
- Stellen sie die erhaltenen Spektren (ein ausgesuchter Peak) der Temperaturabhängigkeit als Wasserfalldiagramm dar.
- Nehmen Sie am Ende des Protokolls zu folgenden Fragen und Aufgaben Stellung:
 - a) Nennen Sie die wichtigsten Unterschiede zwischen gewöhnlicher IR- und FT-IR-Spektroskopie.
 - b) Welche Vorteile bietet die FT-IR-Spektroskopie?
 - c) Wodurch wird die Auflösung eines FT-IR-Spektrometers bestimmt?
 - d) Was versteht man unter einer Apodisationsfunktion und wozu wird sie verwendet?
 - e) Was versteht man unter einer Phasenkorrektur und warum wird sie angewendet?

7 Literatur

- [1] M. L. Forman, W. H. Steele, G. A. Vanasse, *J. Opt. Soc. Am.* **56** (1996) 56.
- [2] Bell, *Introductory Fourier Transform Spectroscopy*, Academic Press London (1972).
- [3] Hollas, *Moderne Methoden in der Spektroskopie*, Vieweg (1995) 26-36, 43-58, 126-181.
- [4] Volkmann, *Handbuch der IR-Spektroskopie*, VCH Weinheim (1972).
- [5] Ibach, Lüth, *Festkörperphysik*, Springer-Verlag Berlin, 2. Auflage (1988) 259-260.
- [6] Kuzmany, *Festkörperspektroskopie*, Springer-Verlag Berlin, 1. Auflage (1989) 165-193.
- [7] www.ir-spektroskopie.de
- [8] <http://www.ir-spektroskopie.de/basics/lexikon.html#d>