



IR-Spektroskopie von Cyclohexen

Kerschensteinerschule



Fächer- und jahrgangsstufenübergreifender Unterricht in der Arbeitsgemeinschaft "Chemie & Mathematik" am naturwissenschaftlich-technischen Gymnasium (NTG) der Kerschensteinerschule Stuttgart im Schuljahr 09/10.

Theoretische Grundlagen

Motivation

In unserem organisch-präparativen Praktikum stellen wir Cyclohexen her. Die Reinheit dieses Produktes haben wir mittels IR-Spektroskopie überprüft. Als Reinheitskriterium haben wir kontrolliert, ob das Edukt (Cyclohexanol), das im IR-Spektrum an einer intensiven OH-Bande zu erkennen ist, noch in dem Produkt enthalten ist. Zusätzlich haben wir das Reaktionsprodukt mit Hilfe quantenmechanischer Verfahren untersucht.

Grundlagen

Bestrahlt man ein Molekül mit infrarotem Licht, so führt dies zu Absorptionen im IR-Bereich. Dadurch werden bestimmte Molekülgruppen zum Schwingen angeregt. Diese Absorption werden registriert und das Spektrometer erstellt mit diesen Informationen ein IR-Spektrum.

Anwendungsgebiete

Über die Lagen der Absorptionsbanden erhält man Informationen zur Struktur der Probe. Außerdem kann man mit Hilfe der IR-Spektroskopie quantitative Untersuchungen durchführen.

Synthese von Cyclohexen

Synthese von Cyclohexen im Makro-Maßstab

Cyclohexanol ($m = 50 \text{ g}$) wird mit H_3PO_4 ($m = 25 \text{ g}$, $w = 85 \%$) versetzt. Anschließend wird das Gemisch auf $83 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt. Nach der Destillation des Rohprodukts wird das Destillat mit Na_2SO_4 getrocknet, filtriert und ein weiteres Mal destilliert.

Ausbeute: 80 % (32,8 g)
 Reinheitskontrolle: $n_D^{20} = 1,4464$
 $T_{\text{siede}} = 356 \text{ K}$
 IR-Spektroskopie

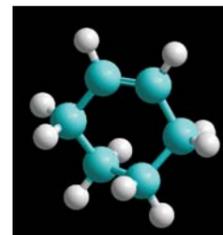
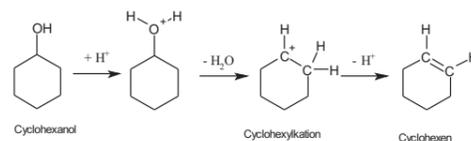


Abb. 1: Cyclohexen

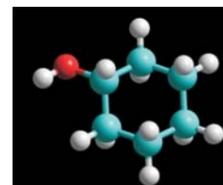


Abb. 2: Cyclohexanol

Theoretisches Verfahren

Ein IR-Spektrum kann auch mit Hilfe von Programmen berechnet werden. Wir benutzten dazu Hyperchem. Zuerst wird hierzu das Molekül gezeichnet und anschließend die Geometrie optimiert. Zur Berechnung stehen unterschiedliche Methoden zur Verfügung:

Methode	ab-initio	semi-empirisch	Kraftfeldmethoden
Berechnung	ausschließliche Verwendung von Naturkonstanten	Verwendung von Messwerten	Berechnung über Federkonstanten
Vorteile	auf hohem Niveau, sehr genaue Ergebnisse	relativ kurze Rechenzeit	Berechnung von großen Molekülen (Biomoleküle)
Nachteile	sehr lange Rechenzeit	schlechtere Ergebnisse als bei ab initio	hauptsächlich Geometrie-optimierung
Verwendung	kleine Moleküle mit wenig Atomen ~30	größere Moleküle mit über 100 Atomen	Makromoleküle mit mehreren tausend Atomen

Tabelle der gemessenen und berechneten Wellenzahlen

Gemessene Wellenzahlen in cm^{-1}	Zuordnung	Berechnete Wellenzahlen in cm^{-1}			
		Methode: Ab-initio (6-31G*)		Methode: Semi-emp. (PM3)	
		unskaliert	Skalierungs-faktor: 0,899	unskaliert	Skalierungs-faktor: 0,974
3021	$\nu(\text{C-H})$	3348	3010	3067	2988
		3321	2986	3048	2969
2931 2863 2834	$\nu(\text{CH}_2)$	3239	2912	3047	2968
		3233	2907	3041	2962
		3212	2888	3025	2947
		3210	2886	2969	2892
		3189	2867	2962	2885
		3186	2865	2945	2868
1651	$\nu(\text{C=C})$	3174	2854	2944	2867
		3173	2853		
1436	$\delta(\text{CH}_2)$	1886	1696	1875	1830
		1656	1486	1417	1381
		1638	1473	1395	1359
		1632	1468	1342	1308
		1626	1462		

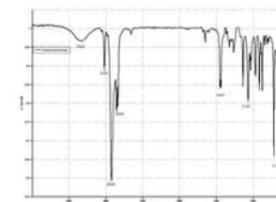
An dem Projekt haben mitgewirkt: Benjamin Gerlach, Astrid Heck, Peter-Philipp Bauer, Jonathan Prinz, Christoph Steinhart, Bastian Wöhrle, Lukas Holz, Raphael Tietz

Experimenteller Teil

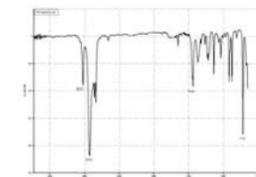
Vor dem Auftragen der Probe auf den ATR-Kristall, wird der Background gemessen, um eine möglichst störungsfreie (Umgebungsstörung/ Gerätefehler) und damit exakte Probemessung zu garantieren.



Abb. 3: FTIR-Spektrometer der Firma Thermo



Spekt. 1: mit Cyclohexanol verunreinigtes Cyclohexen



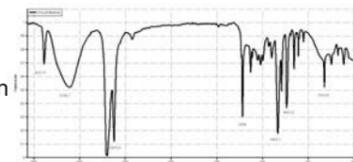
Spekt. 2: reines Cyclohexen

Auswertung

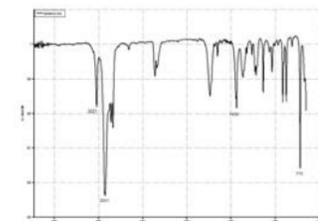
Ergebnisdiskussion

Methodenvergleich

Beim Vergleich der verschiedenen Berechnungsmethoden und den Messwerten ist auffällig, dass die berechnete Werte (sowohl semi-empirisch, als auch ab-initio) sich deutlich von den Messwerten unterscheiden. Wobei die semi-empirische Methode mit deutlich kürzerem Rechenaufwand genauere Ergebnisse lieferte.



Spekt. 3: Cyclohexanol
Quelle: <http://webbook.nist.gov>



Spekt. 4: Cyclohexen
Quelle: <http://webbook.nist.gov>

Reinheitskontrolle

Bei dem verunreinigten Produkt sind in dem Spektrum Reste des Eduktes in Form einer OH-Bande bei 3322 1/cm zu sehen.

