



Versuch PCF 6

Elektronenspinresonanzspektroskopie: Grundlagen und einfache Anwendungen

Aufgabenstellung

1. ESR-Spektren sind aus Literaturdaten zu berechnen, die erwartete Linienzahl ist vorab zu ermitteln.
2. ESR-Spektren von zwei Proben werden gemessen, die beobachteten Spektren sind mit nach der Kenntnis der vermessenen Moleküle simulierten Spektren zu vergleichen.

Grundlagen

Die Elektronenspinresonanzspektroskopie ist zur Untersuchung ionischer, atomer wie molekularer Teilchen mit ungepaarten Elektronen eine in Nachweisgrenze und Informationsgehalt unübertroffene Methode. Ihre Grundlagen werden in einschlägigen Lehrbüchern und zahlreichen Übersichtsartikeln hinreichend abgehandelt.

Ausführung

Versuchsvorbereitung

Ermitteln Sie die zu erwartende Linienzahl und simulieren (berechnen) Sie die zu erwartenden ESR-Spektren für ein Methyl-, Ethyl- und Propylradikal; beachten Sie dabei, wie weit die Hyperfeinaufspaltung von benachbarten α -, β - und γ -Wasserstoffatomen beeinflusst wird. Führen Sie eine analoge Betrachtung für Fremy's Salz im festen und im gelösten Zustand durch. Betrachten Sie ebenfalls das Triphenylmethylradikal, berücksichtigen Sie dabei auch alternativ die Möglichkeit, daß u.U. aus räumlichen Gründen die Ringprotonen keine Aufspaltung bewirken. Für die nötigen Rechnungen kann auf Rechenprogramme zurückgegriffen werden, die auf Rechnern der AG Elektrochemie installiert sind. Die Simulation kann auch im Rahmen des Praktikumsversuches am ESR-Spektrometer durchgeführt werden. Die nötigen Aufspaltungskonstanten aus Literaturquellen müssen dazu mitgebracht werden.

Chemikalien und Geräte

ESR-Spektrometer

Einstellprobe (Kohlenstoff)

Meßsubstanz: Triphenylmethylchlorid, Benzol, Zinkstaub

Fremy's Salz

Aufbau

Der apparative Aufbau des Spektrometers wird beim Versuch erläutert, die wesentlichen Komponenten können der zur Vorbereitung verwendeten Literatur entnommen werden.

Zwischen den Polschuhen des Magneten herrscht extreme magnetische Feldstärke. Gegenstände aus magnetischen oder magnetisierbaren Stoffen dürfen auf keinen Fall zwischen die Polschuhe oder in ihre unmittelbare Nähe gebracht werden.

Versuchsablauf

Zu den für die Versuchsvorbereitung benannten Molekülen ist zumindest die Abschätzung der erwarteten Linienzahl zum Versuch mitzubringen, dabei sollten die gewählten Randbedingungen der Abschätzung (welche Atome tragen zur HFS noch bei) genau angegeben werden.



Die erwarteten Spektren werden nun mit der zur Verfügung stehenden Software berechnet. Zu den gemessenen Spektren sind Spektren zu simulieren. Zur Mitnahme der simulierten und der gemessenen Spektren sollte ein Datenträger Diskette 3,5 Zoll mitgebracht werden. Umkopieren der Daten auf andere Medien ist in den Poolräumen des URZ möglich.

Literatur

F. Bär, A. Berndt, K. Dimroth, Chemie in unserer Zeit **9** (1975) 1/18.

F. Bär, A. Berndt, K. Dimroth, Chemie in unserer Zeit **9** (1975) 1/43

R. Holze: Surface and Interface Analysis: An Electrochemists Toolbox (Vorabdruck im WWW)

K. Scheffler und H.B. Stegmann: Elektronenspinresonanz - Grundlagen und Anwendungen in der organischen Chemie, Springer-Verlag, Berlin 1970 (TUC UB Lesesaal)

K. Higari, H. Baba und A. Rembaum: Quantum organic chemistry, Interscience, New York 1965