



Anwendung von Breitband Funktionalität in der Benchtop NMR-Spektroskopie

Dr. Niklas Rinn, Applications Specialist; Dr.-Ing. Leon Leander Hütsch, Territory Sales Manager

Oxford Instruments Magnetic Resonance

Die NMR-Spektroskopie liefert umfangreiche quantitative und qualitative Informationen über eine Vielzahl an Proben; vor allem in flüssigem oder gelöstem Zustand. Während hochauflösende Spektren lange Zeit nur an Hochfeld Instrumenten mit kostenintensiven supraleitenden Magneten zu erhalten waren, sind heutzutage solche Messungen an kompakten und robusten Benchtop Spektrometern mit geringen laufenden Kosten möglich.

Diese Entwicklung macht NMR-Experimente für ein breites Publikum in Labor- oder Arbeitsumgebungen zugänglich. Daraus ergeben sich besonders für schnelle Qualitäts- und Reaktionskontrolle interessante Anwendungen. Bisher waren solche Instrumente jedoch auf wenige messbare Kerne beschränkt.

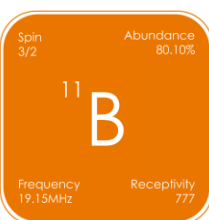
Mit dem X-Pulse hat Oxford Instrument ein Benchtop Spektrometer mit Breitband-Kanal entwickelt. Dies ermöglicht eine Charakterisierung von mehreren Kernen jenseits von ^1H und ^{19}F , und ist so für eine vollständige Aufklärung auch von komplexeren Verbindungen nützlich. Prinzipiell können alle Kerne zwischen den Frequenzen von Phosphor und Silizium, also an einem 60 MHz Spektrometer zwischen ca. 24,3 MHz und 11,9 MHz angeregt werden.

Einige Beispiele und Anwendungen für solche Kerne sind:



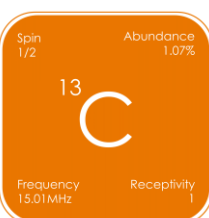
Lithium ist ein Bestandteil verschiedener Salze und Reagenzien in der organischen Synthese und findet in Pharmazeutika Einsatz. Es spielt zudem bei der Ent-

wicklung von neuartigen Batterien eine wichtige Rolle. Speziell die Bestimmung der Lithium-Ionen-Konzentration ist hier von besonderem Interesse.



Verschiedene Bor enthaltende Katalysatoren und Intermediate spielen eine wichtige Rolle in etlichen Reaktionen und

Prozessen wie in der durch einen Nobelpreis gewürdigten Suzuki-Kupplung. Selbst an Hochfeld-Instrumenten können breite Artefakte durch borhaltige Bauteile im Spektrometer entstehen, was jedoch bei Messungen am X-Pulse nicht der Fall ist.



Nach ^1H ist ^{13}C durch die Bedeutung von Kohlenstoff in organischen Molekülen der am häufigsten untersuchte Kern.

Durch Pulssequenzen wie DEPT- oder 2D-Experimente sind strukturelle Aussagen über die einzelnen Kohlenstoffatome in Verbindungen möglich und ermöglichen so die übergeordnete Strukturauflösung.



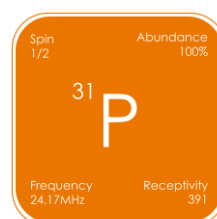
Als Gegenion tritt Natrium in zahlreichen Salzen und Verbindungen für unterschiedlichste Anwendungen auf. Es spielt vor allem

in der Salzgehaltbestimmung von Lebensmitteln eine wichtige Rolle, findet aber ebenfalls Einsatz im pharmazeutischen Bereich.



^{29}Si NMR-Experimente sind besonders wichtig für die Untersuchung von (Poly)-Siloxanen und deren

Monomere Vorstufen. Bei Benchtop-NMR-Systemen kommen hierbei Pulssequenzen wie HMBC oder DEPT zum Einsatz, welche maßgeblich zu einer Verbesserung der Spektrqualität beitragen.



Neben seinem Vorkommen in Biomolekülen ist Phosphor ein weit verbreiteter Bestandteil von Liganden, integra-

ler Komponenten von Katalysatoren und anderen Komplexen. Dort kann es zur einfachen Charakterisierung sonst komplizierter metallorganischer Moleküle herangezogen werden.

Mehr Informationen über weitere messbare Kerne finden Sie in der Applikation „X-Nuclei NMR Spectroscopy“.



Abb. 1: Benchtop Spektrometer X-Pulse

