

NMR Spektroskopie Praktikumsbericht

Andreas Bachmann, André de Jesus Morgado, Simon de Montmollin

ZHAW Zurich University of Applied Sciences
School of Engineering

27.05.2018

1 MAS-Rotor Testen

Ein Kernspinresonanz-Spektrometer besteht aus einem Magneten mit integriertem Stator (MAS), einer Kontrolleinheit (MAS-Controller), die Hochfrequenz-Signal generiert (Transmitter) und empfängt (Receiver/Detector), einem Druckgas-Kreislauf optional mit einem Wärmetauscher und einem Computer, der die Signale von der Kontrolleinheit aufbereitet und anzeigt (Abbildung 1).

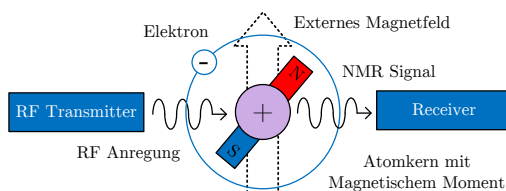


Abbildung 1: Magic-Angle-Spinning (MAS) Aufbau

Dieses NMR-Spektrometer ist teuer in der Anschaffung. Zu Testzwecken wurde auf einen Magneten verzichtet. Die für diesen Test notwendigen Komponenten sind in Abbildung 2 zu sehen.

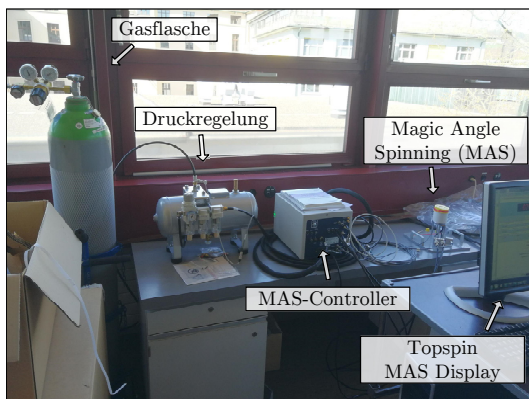


Abbildung 2: NMR Spektroskopie Geräteaufbau

1.1 Protokoll des Rotortests

Mit einem Rotortest kann veranschaulicht werden, wie ein Messung einer unbekannten Substanz oder einer Referenzsubstanz ablaufen könnte, auch wenn kein Magnet vorhanden ist.

Die Reihenfolge, wie der Test ausgeführt werden sollen, ist zu beachten. Zu beachten ist, dass immer eine Schutzbrille getragen werden muss.

1. Öffnen des Ventils der Gasflasche. Durch die Druckregelung wird ein konstanter Druck von 8 bar gehalten.
2. Aufschrauben der Verschlusskappe und die Versuchssprobe (Sample) in die Öffnung versenken. Die Turbine muss nach oben zur Kappe hin zeigen. Danach die Kappe wieder verschliessen. Durch das Antriebsgas beginnt sich die Turbine mit dem ganzen Röhrchen (Rotor) zu Drehen. Ein Rotations-sensor misst die aktuelle Drehgeschwindigkeit (Abbildung 3).
3. In der Software kann nun die Rotationsfrequenz eingestellt werden. Der Benutzer erhöht die Frequenz von 10 kHz Schritt für Schritt bis auf 67 kHz. Jedes Mal wenn die Soll-Frequenz (grün) erhöht wurde, regelt der MAS-Controller die Ist-Frequenz (weiss) nach. Der Druck wird dabei stetig gesenkt. In der Frequenz von 67 kHz ist der Druck konstant 7.1 bar (Abbildung 4).
4. Die Analyse ist nun zu Ende und die Rotationsfrequenz wird schrittweise verkleinert. Dabei erhöht sich der Druck wieder bis der Rotor sich nicht mehr dreht. Der Enddruck hat den Wert von etwa 8.6 bar erreicht. Die Druckdifferenz zwischen Maximalfrequenz und Stillstand beträgt $\Delta p = 1.5$ bar (Abbildung 5).
5. Das Sample kann nun wieder vom Stator hinausgenommen und die Gasflasche geschlossen werden.
6. Die NMR Signale vom Receiver werden in der Software noch Fourier-Transformiert und in einem kontinuierlichen Spektrum angezeigt.

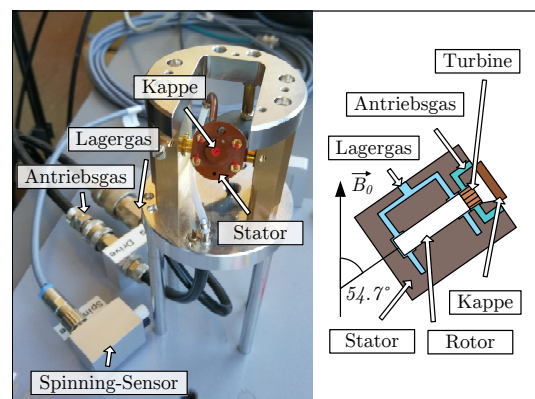


Abbildung 3: Magic-Angle-Spinning (MAS) Aufbau

1.2 Resultate



Abbildung 4: Erhöhen der Rotationsfrequenz

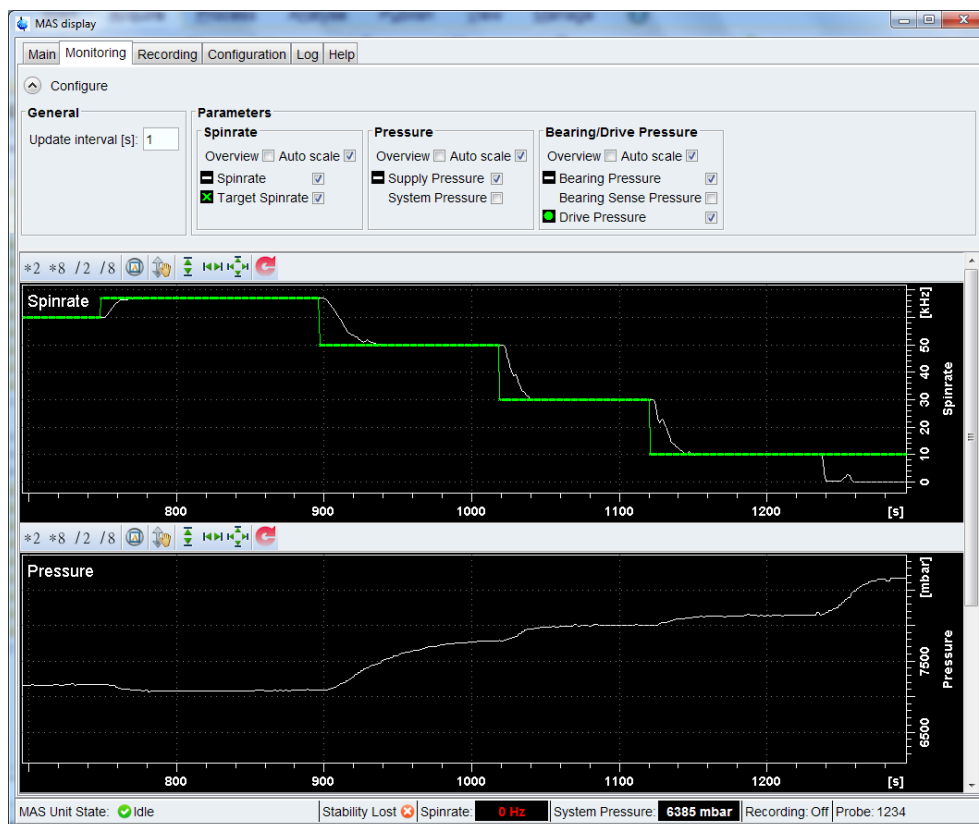


Abbildung 5: Erniedrigen der Rotationsfrequenz

2 Spektrum in NMR-Software (Topspin) auswerten

2.1 Methode

In der Software "Topspin" werden die magnetisch äquivalenten Protonen, die Anzahl der Kopplungen und die Abstände der Spektrallinien analysiert. Nach der Darstellung von Ethylbenzenen im Spektrogramm kann es in drei Teile gegliedert werden. (Abbildung 6)

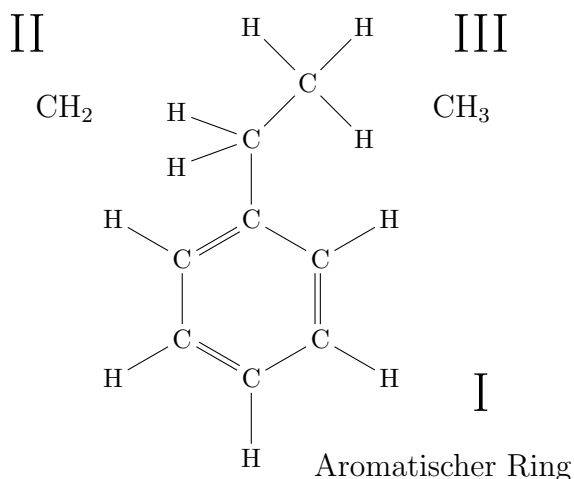


Abbildung 6: Valenzstrichformel von Ethylbenzenen

2.2 Resultate

In Abbildung 7 ist das gesamte Spektrum ersichtlich. Die ersten Peaks bilden den aromatischen Ring ab. Der zweite das CH₂ Molekül und der dritte und grösste, das CH₃ Molekül.

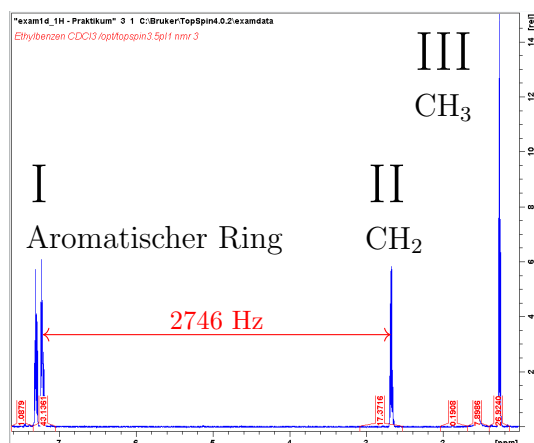


Abbildung 7: Gesamtspektrum von Ethylbenzenen

Der aromatische Ring in Abbildung 8 zeichnet sich aus durch viele einzelne gleich hohe Peaks ab. Bei detaillierter Analyse haben diese jeweils eine Entfernung von 7.5 Hz.

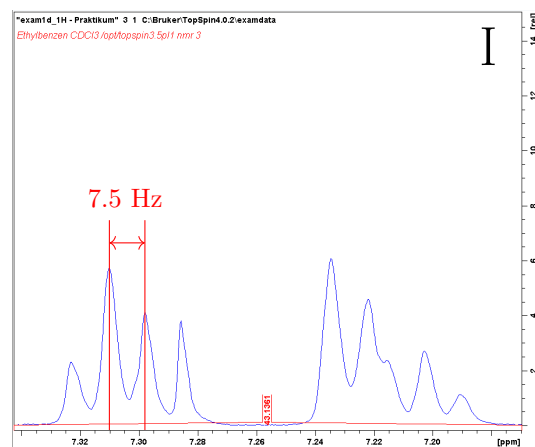


Abbildung 8: Spektrum vom Aromatischen Ring

In Abbildung 9 sind weitere Peaks erkenntlich, jedoch weniger als bei dem aromatischen Ring. Da das CH₃ Molekül die grösste Bindungskraft hat und somit das höchste Spektrum, ist dieses Spektrum dem CH₂ Molekül zuzuordnen, da es ein kleineres Spektrum aufweist. Auch hier ist wieder der Abstand der einzelnen Peaks auf 7.5 Hz.

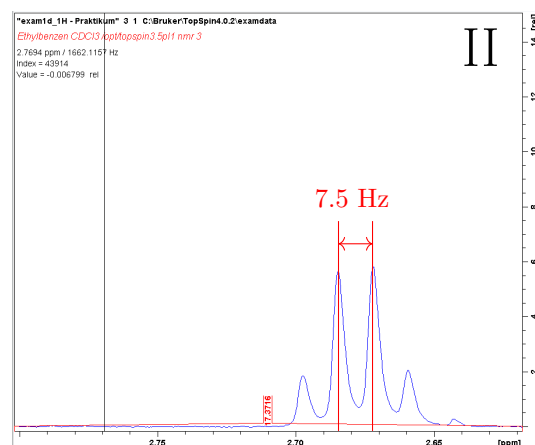


Abbildung 9: Spektrum von CH₂

In der letzten Abbildung 10 sind weniger Peaks zu sehen, jedoch höhere. Daraus folgt, dass dieses Spektrum dem CH₃ Molekül zugeordnet wird, aufgrund der starken Bindungskraft.

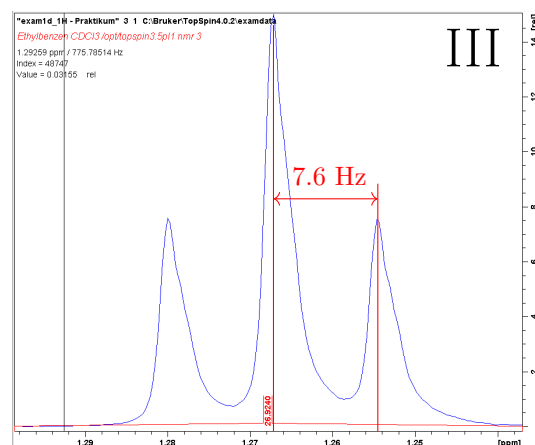


Abbildung 10: Spektrum von CH₃