

Geringere Probenmenge:

Durch die erhöhte Empfindlichkeit der Messungen ist nun – bei ansonsten gleichen Randbedingungen – eine geringere Probenmenge vonnöten. Dadurch werden zweidimensionale Experimente möglich, die bislang sehr lange Messzeiten (einige Stunden bis mehrere Tage) oder eine sehr hohe Konzentration der Probe erforderten, was ausreichend Probenmaterial und gute Löslichkeit voraussetzt. Mindestens eines von beidem ist in der Laborpraxis oft nicht gegeben. Jetzt rücken auch spezielle 2D-Experimente (z. B. C,C- oder Si,Si-Korrelationen für diese unempfindlichen Kerne) in den Bereich des Machbaren und können neue wertvolle Strukturinformationen liefern.

Fazit:

Die bei der AQura GmbH in den NMR-Spektrometern eingebaute Cryo-Probenkopftechnik bietet Ihnen folgende Vorteile:

- *Niedrigere Nachweisgrenze:* Bei gleicher Probenmenge und Messzeit lässt sich die Nachweisgrenze deutlich senken; damit sind mit moderater Messzeit (< 1 h) Detektion und Quantifizierung im unteren ppm-Bereich möglich.
- *Reduzierte Messzeit* bei gleicher Spektrenqualität: Eine höhere Probenanzahl kann gemessen werden, Hochdurchsatzanalysen werden möglich.
- *Geringere Probenmenge:* Diese ermöglicht aufwändigere Experimente, die ansonsten nicht praxisgerecht durchführbar wären. Somit können zusätzliche neue Informationen über die analysierten Systeme gewonnen werden.

Dadurch ermöglichen wir Ihnen eine optimierte Strukturaufklärung – auch von bislang als (zu) schwierig eingestuften Fragestellungen.

Wir sichern Ihnen ein hohes Qualitätsniveau aller Untersuchungen zu. Mit der Erfahrung aus einer langen Konzerntradition werden Ihre analytischen Aufgaben von unseren Spezialisten ideenreich und zielstrebig gelöst.

Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre speziellen Fragen ein individuelles Angebot. Bitte sprechen Sie uns an!

AQura GmbH

Standort Marl
Paul-Baumann-Str. 1
45772 Marl

Standort Hanau
Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau

www.aqura.de

Stand der Information:
April 2013

Cryo-Technik in der NMR – zeitsparend, empfindlich und unverrauscht



Die geringe Empfindlichkeit ist seit jeher ein inhärentes Problem der NMR-Spektroskopie. Daher werden bei der FT-Technik viele Messungen (Scans) aufaddiert. Dabei ist das Signal-Rausch-Verhältnis (S/N) proportional zur Quadratwurzel der Anzahl der Scans. Somit ist für eine Steigerung der Empfindlichkeit um den Faktor 2 die vierfache Anzahl an Scans notwendig, d. h. jeder Anstieg der Empfindlichkeit wird durch eine deutliche Messzeitverlängerung erkaufte. Hier bringt die bei der AQura GmbH eingeführte neue Cryo-Probenkopftechnik den seit Jahrzehnten größten Sprung zur Steigerung der Empfindlichkeit.

Cryo-Technik:

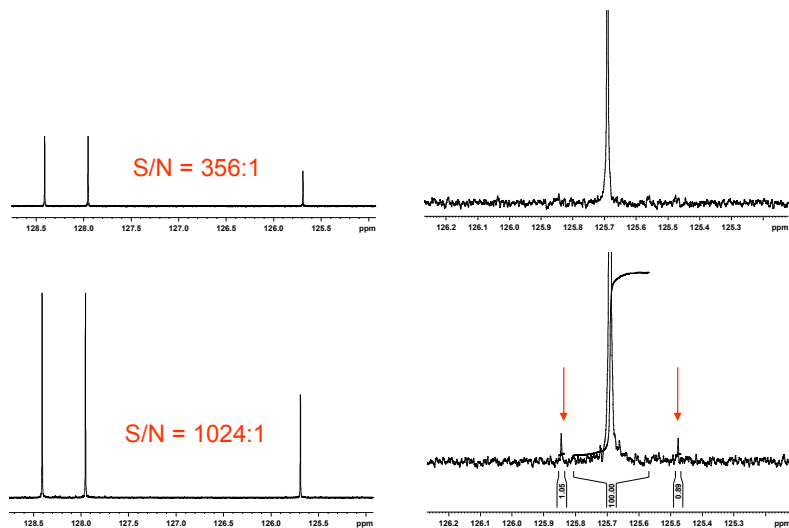
Da die Intensität des Signals durch die physikalischen Eigenschaften der Atomkerne eine natürliche Grenze hat, setzt die technische Entwicklung an der Reduzierung des Rauschens an, das durch die Elektronik hervorgerufen wird und temperaturabhängig ist. Daher wird der neuartige Cryo-Probenkopf inkl. Detektionsspulen und Vorverstärker mit flüssigem Stickstoff auf eine Temperatur von ca. 80 K abgekühlt. Die Probe selbst bleibt jedoch nach wie vor auf Raumtemperatur bzw. bei der gewünschten Messtemperatur.

Durch diese Kühlung wird eine Reduzierung des Rauschens um den Faktor 2 bis 3 erzielt. Da die NMR-Spektrometer bei AQura GmbH mit Breitbandprobenköpfen ausgestattet sind, welche eine Vielzahl von magnetisch aktiven Kernen messen können (u. a. ^1H , ^{13}C , ^{29}Si , ^{31}P , ^{15}N , ^{11}B , ^{195}Pt), wirkt sich der Empfindlichkeitsgewinn auf alle Kerne aus.

Dies eröffnet eine Reihe interessanter neuer Perspektiven:

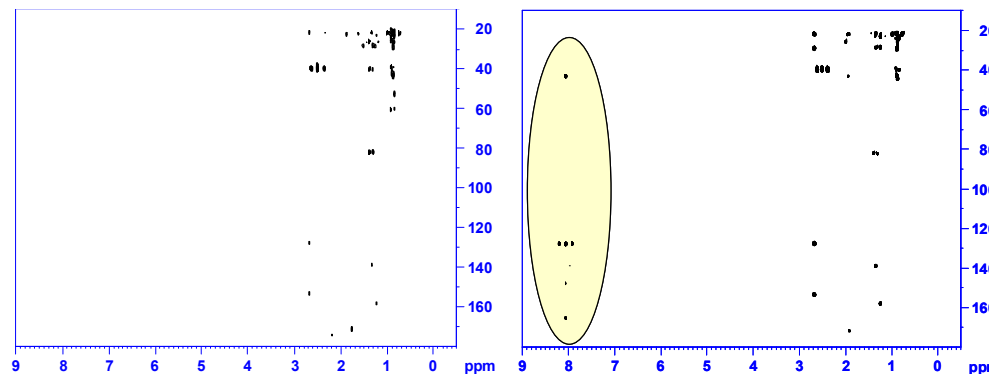
Niedrigere Nachweisgrenze:

Bei gleicher Messzeit ergibt sich, bedingt durch das reduzierte Rauschen, eine höhere Nachweisempfindlichkeit. Als Beispiel sind die Ausschnitte der ^{13}C -Spektren von Ethylbenzol gezeigt. Die Spektren sind jeweils auf gleiches Rauschen skaliert dargestellt, um den Empfindlichkeitsgewinn zu verdeutlichen. Die Pfeile verweisen auf die ^{13}C -Satellitensignale, die im oberen Spektrum aufgrund des geringeren S/N-Verhältnisses nicht zu sehen sind.



Ausschnitte der ^{13}C -NMR-Spektren von Ethylbenzol in CDCl_3 : oben: Messung mit konventionellem Probenkopf; unten: Messung unter gleichen Bedingungen mit Cryo-Probenkopf.

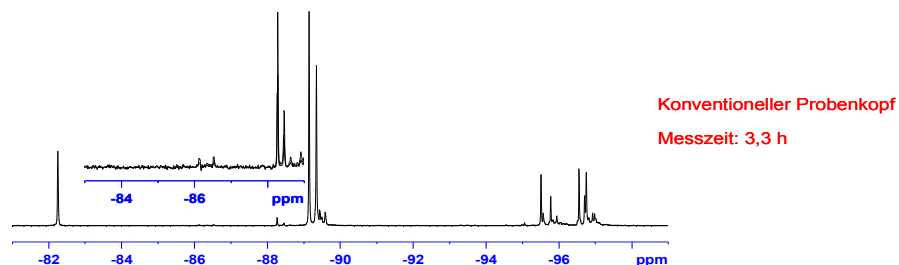
Die niedrigere Nachweisgrenze ist insbesondere bei der Aufklärung und Quantifizierung von Verunreinigungen von großer Wichtigkeit. Die nachfolgende Abbildung zeigt 2D- ^1H , ^{13}C -HMBC-Spektren (^1H , ^{13}C -Korrelation über mehrere Bindungen), die zur Identifizierung einer Nebenkomponente aufgenommen wurden. Erst mit Cryo-Probenkopf gelang in praktikabler Messzeit eine Detektion und somit eine Aufklärung dieser Verunreinigung (gelbes Oval).



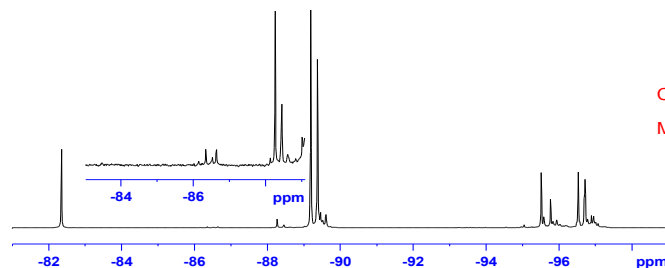
^1H , ^{13}C -Korrelation: links: 500 MHz-Spektrometer mit konventionellem Probenkopf, Messzeit 9h; rechts: 600 MHz-Spektrometer, Cryo-Probenkopf, Messzeit 2h

Reduzierte Messzeit:

Eine erhöhte Empfindlichkeit kann auch in eine verkürzte Messzeit überführt werden. Gerade für unempfindliche Kerne, wie ^{13}C oder ^{29}Si , ergeben sich je nach Konzentration der Probe lange Messzeiten von bis zu mehreren Stunden, die nun auf unter eine Stunde verkürzt werden.



Konventioneller Probenkopf
Messzeit: 3,3 h



Cryo-Probenkopf
Messzeit: 0,8 h

^{29}Si -NMR-Spektren eines Siloxans in Chloroform