



**Fraunhofer**

IGB

FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR GRENZFLÄCHEN-  
UND BIOVERFAHRENSTECHNIK IGB

# HOCHAUFLÖSENDE NMR-ANALYTIK

SERVICE FÜR CHEMIE UND UMWELT



Die NMR- oder kernmagnetische Resonanzspektroskopie (engl. Nuclear Magnetic Resonance, NMR) ist eine schnelle, kostengünstige und zerstörungsfreie spektroskopische Alternative zu herkömmlichen chromatographischen Methoden, um organische Inhaltsstoffe in einer Probe sowohl qualitativ als auch quantitativ nachzuweisen. Konzentrationsänderungen können über einen längeren Zeitraum hinweg erfasst und so beispielsweise der Verlauf einer chemischen Reaktion verfolgt werden.

## **ANWENDUNGSBEREICHE**

### **Qualitätskontrolle**

Sie kaufen organische und biologische Substanzen im Großhandel ein und möchten wissen, ob Ihr Lieferant das Richtige liefert?

Beispiele: Zusätze in der Lebensmittelindustrie, Feinchemikalien

### **Produktkontrolle**

Sie stellen organische oder biologische Substanzen her und wollen wissen, ob Ihr Produkt das verspricht, was Sie versprechen?

Beispiele: Monomersynthesen, Pflanzenöle

### **Quantitative Analytik/Konzentrationsbestimmung**

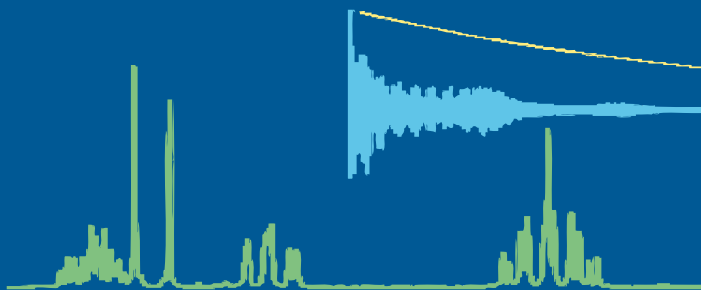
Sie möchten wissen, ob die Inhaltsstoffe eines Substanzgemisches auch die Konzentrationen aufweisen, die angegeben sind?

Beispiel: Ethanolbestimmung bei alkoholischen Getränken

### **Rückstandsanalysen**

Sie haben nur eine sehr kleine Probenmenge oder Sie möchten die Probe zurück?

Beispiel: Wirkstoffe in der Pharmaindustrie



## PROBENMATERIAL UND -MENGEN

Die NMR-Spektroskopie eignet sich vor allem für Proben, die Wasserstoff- und Kohlenstoffatome als wesentliche atomare Bausteine der Molekülstruktur besitzen, wie organische und biologische Proben. Zur Untersuchung des Materials werden Probenmengen im Bereich nur weniger Milligramm benötigt, die in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst werden. Aufgrund des zerstörungsfreien Messvorgangs kann die Probe durch Entfernung des Lösungsmittels wieder zurückgeführt werden. Die NMR-Spektroskopie erfasst alle Verbindungen eines Substanzgemisches in ein- und derselben Messung. Dadurch werden nicht nur Messzeit, Standards und Lösungsmittel gespart, sondern auch unerwartete Nebenprodukte oder Verunreinigungen erfasst und dokumentiert.

## STANDARDISIERTE MESSUNG

Für NMR-Messungen steht uns ein JEOL-ECS 400-MHz-NMR-Spektrometer mit temperierbarem Probenkopf zur Verfügung. Das Probenvolumen beläuft sich auf 0,5 – 0,6 mL Lösung. Die Probe wird standardmäßig auf 25 °C temperiert und absolut zerstörungsfrei vermessen. Die Reproduzierbarkeit einer  $^1\text{H}$ -NMR-Messung liegt bei mehr als 99 Prozent. Durch einen hohen Automatisierungsgrad lassen sich mehrere Proben unter identischen Messbedingungen analysieren. Dies erlaubt einen direkten Vergleich verschiedener Proben. Die Messergebnisse werden anschließend ausgewertet und in Form eines Berichts zusammengefasst.



## FUNKTIONSPRINZIP DER NMR-SPEKTROSKOPIE

Die Spektroskopie befasst sich mit der Untersuchung von Materialproben unter Betrachtung eines zugehörigen Energiespektrums. Grundlage für die NMR-Spektroskopie ist die Verwendung von Hochleistungsmagneten, die Magnetfelder von bis zu 23,5 Tesla erzeugen. Im Vergleich dazu ist beispielsweise das Erdmagnetfeld (ortsabhängig 20–60  $\mu\text{T}$ ) um das 100 000-fache kleiner.

Wird eine Probe in das Magnetfeld gebracht, tritt das Probenmaterial mit der eingestrahlten Energie (im Radiowellenbereich) in Wechselwirkung. Die Wechselwirkung findet vorzugsweise mit Wasserstoff- oder Kohlenstoffatomen statt: Diese richten sich im Magnetfeld aufgrund ihres Charakters als atomarer Stabmagnet entlang der Magnetfeldlinien aus. Durch ihre kreiselnde Bewegung induzieren sie ein elektromagnetisches Wechselfeld in einem Detektor – ähnlich wie die Energieübertragung bei einer Induktionskochplatte oder einem Fahrraddynamo.

Das induzierte Wechselfeld kann mithilfe digitaler Datenverarbeitung entschlüsselt werden und einzelnen Wasserstoff- oder Kohlenstoffatomen der Materialprobe zugeordnet werden. Daraus kann man, ähnlich dem genetischen Fingerabdruck, ein für eine Substanz eindeutiges Signalmuster ableiten.



# NMR-SPEKTROSKOPIE IM ÜBERBLICK

## Messungen

- Qualitätskontrolle
- Produktkontrolle
- Quantitative Analytik/Konzentrationsbestimmung
- Rückstandsanalysen

## Messbedingungen

- 400-MHz-Spektrometer (Magnet: 9,4 Tesla)
- Temperierbarer Probenkopf (–100 °C bis +150 °C)
- Feldgradienteneinheit
- $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$  und weitere Kerne detektierbar

## Probe

- Probenmenge: 20 mg
- Substanz rückführbar

Gerne entwickeln wir ein geeignetes Verfahren für Ihre Aufgabenstellung.

# KONTAKT

## **Fraunhofer Institut für Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik IGB**

Bio-, Elektro- und Chemokatalyse BioCat,

Institutsteil Straubing

Schulgasse 16

94315 Straubing

Fax +49 9421 187 310

[www.biocat.fraunhofer.de](http://www.biocat.fraunhofer.de)

### **Dr. Tobias Gärtner**

Leiter NMR-Labor

Telefon +49 9421 187-352

[tobias.gaertner@igb.fraunhofer.de](mailto:tobias.gaertner@igb.fraunhofer.de)

### **Prof. Dr. Volker Sieber**

Leiter BioCat

Telefon +49 9421 187-301

[volker.sieber@igb.fraunhofer.de](mailto:volker.sieber@igb.fraunhofer.de)