

Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi Laboratuvarı (NMRL)

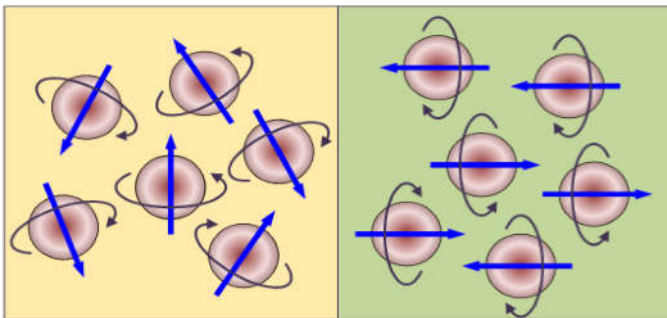


Nükleer Manyetik Rezonans(NMR) organik moleküllerin yapıları ve kimyasal özellikleri hakkında bilgi veren çok güçlü bir spektroskopik tetkiktir.NMR kullanılarak bileşiğin yapısı, bağlanma özellikleri, molekül formülü ve ağırlığı ile polimerlerin yapısal özellikleri hakkında bilgi edinilebilir.

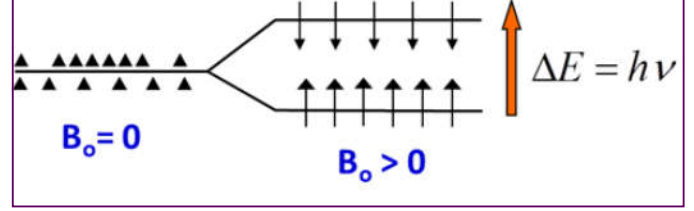
Merkezi Laboratuvarda bu amaçla kullanılan iki adet NMR cihazı bulunmaktadır.Bunlar, Bruker Avance'ın 300 MHz'lik (7 Tesla) katı ve sıvı NMR spektrometreleridir.

TEMEL PRENSİPLER

Nükleer manyetik rezonans (NMR) atom çekirdeklerinin manyetik özelliklerine bağlı bir fiziksel olgudur. Kısaca, güçlü bir manyetik alan içerisinde yerleştirilen atom çekirdeğinin yüksek frekanslı radyo dalgalarını seçimli olarak absorblaması (soğurması) olayı olarak özetlenebilir. NMR yardımıyla bir çekirdeğin kendine has olan manyetik momenti ölçülebilir. Momentin değeri çekirdeğin içinde bulunduğu kimyasal ortama bağlı olduğundan yapılan ölçümler kimyasal maddenin molekül yapısını aydınlatmaya yarar.



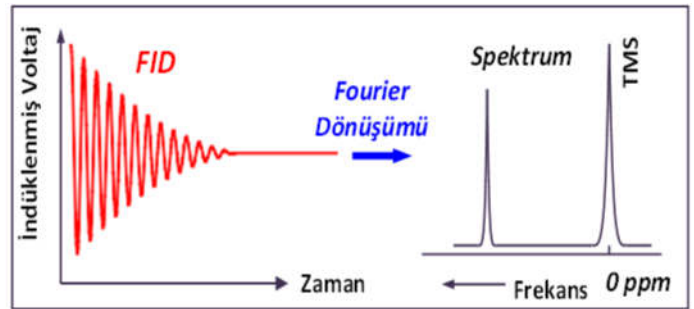
NMR bir manyetik çekirdeği incelemek için onun manyetik momentini dışardan uygulanan kuvvetli bir manyetik alan (B_0) ile aynı doğrultuya sokar.



Manyetik alan tarafından yönlendirilmiş olan çekirdeğin momentinin yer alabileceği iki enerji seviyesi vardır. Biri manyetik alanla aynı yönde olan düşük enerjili bir seviye, öbürü manyetik alana ters yönde olan, yüksek enerjili bir seviye bu iki seviye arasındaki enerji farkına karşılık gelen frekansta bir foton soğurulursa moment bir an için yön değiştirir, dolayısıyla o frekansta bir rezonans gözlemlenir. Bu rezonans, nükleer manyetik rezonans spektroskopisi ve manyetik rezonans görüntüleme de kullanılır

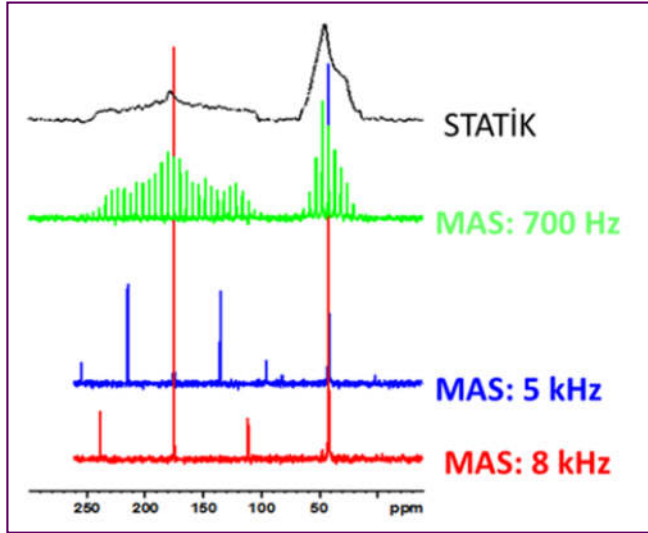
Cihazın hassasiyeti iki enerji seviyesi arasında dağılan proton sayısının oranına bağlıdır.Ne kadar fazla proton rezonans olursa,elde edilecek sinyalin şiddeti de o oranda artar.

Çekirdeklerin tekrardan temel enerji seviyelerine dönerken radyo frekansı olarak çıkardıkları RF sinyalinin detekte edilmesiyle NMR spektrumları elde edilir.



Sıvı NMR cihazından farklı olarak laboratuvarımızda bulunan, çözünürlüğü olmayan veya katı halde analizi istenen örneklerin incelenmesi için Katı NMR cihazı kullanılmaktadır. Örnekler katı halde olduğundan çekirdekler birbirlerine çok yakın olup aralarında bazı etkileşimler olur ve bunlar spektrumda çözünürlüğün düşmesine ve piklerin genişlemesine neden olur. Bu sorunları gidermek için bazı teknikler kullanılmaktadır bunlar; MAS (magic angle spinning) ve CP (cross polarization) yöntemleridir. MAS yöntemi kısaca katı NMR spektrumlarının daha belirgin olabilmesi için manyetik alana uygulanan bir 'sihirli açıda döndürme' yöntemidir. CP ise ^{13}C çekirdeğine ait manyetik rezonans sinyalinin çapraz polarizasyon yöntemi ile artırılmasıdır.

Buna ek olarak, örnekler yüksek frekansta döndürülerek daha iyi çözünürlükte pikler elde edilmektedir.



SIVI NMR

Yüksek Çözünürlüklü Dijital 300 MHz NMR Spektrometresi - Bruker Biospin

Prob: 5 mm BBO 1H, 13C, 31P, 19F

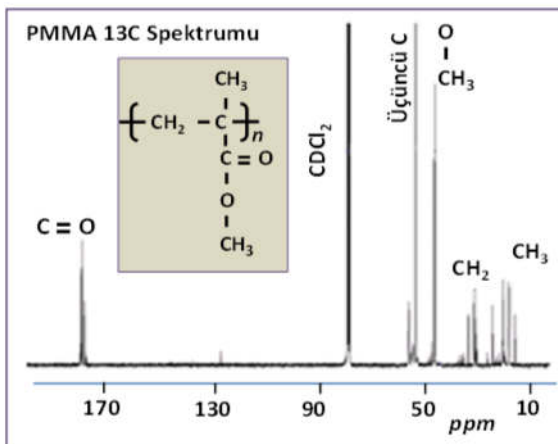
Yapılan Deneyle: 1D: 1H, 13C, 31P, 19F çekirdeklerinin spekturumu,dept-45,dept-90,dept-135.

Örnek Gereksinimleri: Örnekler yüksek saflıkta ve çözücüsü belirtilerek teslim edilmelidir. 13C için min. 40 - 50 mg, 1H için min. 10-20 mg örnek gereklidir.

Kullanılan dötero çözücüler: Kloroform-D1, Dimetil sülfoksit -D6, Dötero su, Aseton-D6, Benzen, Toluol, Pridin, Dimetil formamit, diklorometan-D2.

Malzemeler

Sıvı NMR spektrometresi ile petrol,petro-kimya,gıda-ıcecek,ilaç-eczacılık ve diğer birçok endüstriyel alandan gelen toz,katı veya sıvı örneklerin dötero çözücüler içinde çözünmesinden sonra analizi yapılabilir.



KATI NMR

Katı Hal Yüksek Güçlü 300 MHz NMR Spektrometresi - Bruker Superconducting FT.NMR Spectrometer Avance TM 300 MHz WB

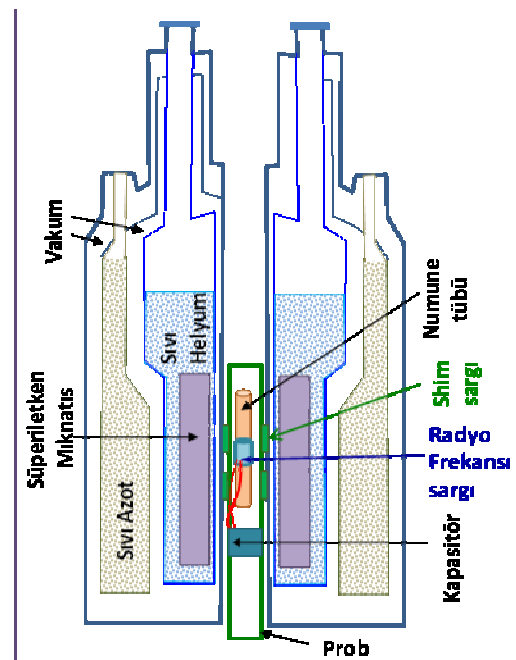
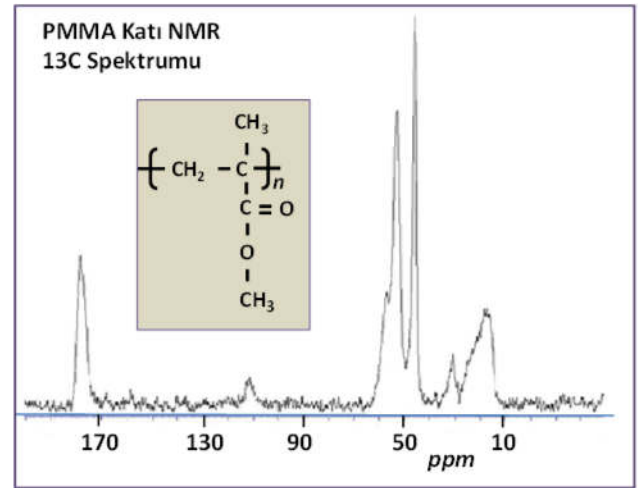
Prob: 2.5 mm MAS, 4 mm MAS, 7 mm MAS

Yapılan Deneyle: 1H, 13C, 29Si, 27Al gibi çekirdeklerin NMR spekturumu, MAS (Sihirli açı spini-Magic Angle Spining) ve CP (Cross Polarization-Çapraz Polarizasyon) teknikleri.

Örnek Gereksinimleri: Kuru, metal safsızlık içermeyen toz haldeki katı örnekler; 2.5 mm prob için 250 mg, 4 mm prob için 500 mg, 7mm prob için 1000 mg. teslim edilmelidir.

Malzemeler

Sıvı NMR'dan farklı olarak katı NMR'la uygun çözücüsü bulunmayan veya çözüldüğü zaman kimyasal yapısı bozulabileceğinden çözünmesi istenmeyen örnekler, organik kristal bileşikler,katalizörler, zeolitler, amorf bileşikler, polimerler, ve biopolimerlerin analizi yapılabilir.



Laboratuvar e-posta: mlabnmrl@metu.edu.tr