



# Spin op tafel

Gebruikers van **benchtop-NMR's** vertellen over de voor- en nadelen van het kleine broertje van de NMR. 'Vooral voor onderwijs wil je eenvoud en studenten kunnen deze apparaten goed bedienen.'

## SHURAILA STOPPEL

Vraag een gemiddelde chemicus, geen NMR-specialist, naar kenmerken van NMR-apparatuur en hij weet vast en zeker een aantal functionele kenmerken van het instrument en zijn toepassing te geven. Waarschijnlijk laat hij naast de woorden magneet, kernspin, frequenties, structuuropheldering en spectrum, ook het woord groot in de omschrijving een rol spelen. Dat laatste hoeft voor bepaalde toepassingen niet het geval te zijn, daarvoor bestaan er benchtop-NMR's.

### FYSISCHE EIGENSCHAPPEN

"Wij hebben voor onderzoeksdoeleinden vier Bruker minispecs staan", vertelt John van Duynhoven, expertise teamleider spectroscopie en microscopie van de afdeling analytische chemie van Unilever Vlaardingen. Die 20 MHz-apparaten, zogenoemde laagveld-apparaten, zijn gekoppeld aan robotopstellingen om grote hoeveelheden monsters te analyseren. "Wij passen NMR-technieken toe om water in olie zoals in margarine, of olie in water zoals in sauzen te onderzoeken. We analyseren smeltgedrag van oliën en vetten, en doen druppelgrootte-analyses. De onderzoeksgegevens gebruiken we om het product te verbeteren."

Laagveld-NMR werkt met lage magnetische velden en geeft meestal onvoldoende resolutie om spectra van complexe verbindingen te maken. Wel kun je fysische NMR-eigenschappen zoals relaxatietijd meten van bijvoorbeeld watermoleculen, vetten, suikers en andere moleculen met protonen. De relaxatietijd is de halfwaardetijd van de terugvallende kernspin, en die hangt ervan af of het molecuul vrij is of zich in een gebonden structuur bevindt. Het elektromagnetische signaal meten als functie van tijd

## Met benchtop-NMR's kun je makkelijk relaxatietijden meten

heet tijdsdomein-NMR. Met een benchtop-NMR kun je gemakkelijk en goedkoop verschillen in relaxatietijden meten. Los hiervan hebben de magneten van deze kleine versie van NMR ook geen cryo-koeling nodig en zijn daardoor makkelijk in het onderhoud.

"Voor het type onderzoek dat ik doe, heb ik geen hoogveld-apparatuur nodig", vertelt Henk van As, universitair hoofd-docent biofysica bij de leerstoelgroep agrotechnologie en voedingswetenschappen van Wageningen Universiteit. "Wij

draaien geen spectra. Wij verrichten voornamelijk tijdsdomein-NMR en doen daarmee dan vooral metingen aan protonen in stoffen zoals water, vet, eiwitten en suikers. Wij kijken naar hoeveelheden, de structuur van die stoffen, de fysische eigenschappen en het transport van de stoffen. Zo onderzoeken we in planten de fysische eigenschappen van water om de omgeving van dat water te karakteriseren. We kunnen dan in plantmaterialen bepalen in welke celcompartimenten het water voorkomt en wat de

### HOOGVELD-NMR

In tegenstelling tot laagveld-NMR gebruiken onderzoekers de hoogveld-NMR-techniek doorgaans om complexe moleculaire samenstellingen te achterhalen. Met hoge-frequentieradiostraling, van 200 tot 1.000 MHz, maken analytici absorptiespectra van stoffen waaruit de samenstelling is af te leiden. NMR-wetenschappers drukken de sterkte van een NMR-magneet uit in de frequentie van de radiostraling die waterstofatomen in de referentiestof tetramethylsilaan in de andere magnetische stand zet. Een hogere frequentie staat voor een sterkere magneet en een groter apparaat.

doorlatendheid van de membranen is die de celcompartimenten omringen.”

Van As stelde zijn apparaat zelf samen met de elektronica van Magritek en een magneet die hij van een collega kocht. Daardoor voldoet het apparaat precies aan de eisen waarvoor de Wageningse onderzoeker het wil gebruiken. Van Duynhoven heeft met zijn Bruker-apparaat ook precies wat hij wil. Hij vertelt: “Unilever had al in de jaren zeventig een project om NMR te gebruiken voor vast vet-analyse, want dit was destijds een moeilijke procedure. Daartoe ontwikkelden Unilever en Bruker in een samenwerkingsverband de 20 MHz-minispec. En daarom sluit die precies aan bij onze behoeftes.”

## STUDENTEN

Toch zijn de grote toestellen niet verdwenen door de komst van benchtop-NMR's. “Grote NMR's hebben wij op mijn lab bij Unilever ook nog steeds hoor,” vertelt van Duynhoven, “want voor ingewikkelde druppelgrootte-analyses gebruiken we 300 MHz-apparaten. Dan is een hogere resolutie nodig.”

Een laagveld-apparaat heeft een lagere

signaal-ruis-verhouding dan een hoogveld-apparaat van een paar honderd MHz, en is meestal geen goede keus om spectra van ingewikkelde verbindingen te maken of kleine onzuiverheden te detecteren. Maar als lage gevoeligheid en lage resolutie voor bepaalde doeleinden volstaan, bijvoorbeeld voor onderwijs, kun je als lab genoeg hebben aan een klein 20-60 MHz-toestel.

## ‘Meten aan andere atomen dan waterstof is niet mogelijk’

In het practicumlab van de Solid state NMR-groep van de Radboud Universiteit Nijmegen staat sinds anderhalf jaar zodoende een Spinsolve laagveld-NMR om spectra te maken voor educatieve doeleinden. Universitair docent Ernst van Eck vertelt: “Met de Spinsolve kunnen studenten met één druk op de knop NMR-protonspectra maken van eenvoudige verbindingen en vloeistoffen zoals toluëen, en dat werkt goed.” Het educatieve element zit hem dan wel meer in het leren lezen van spectra dan in het om-

gaan met een NMR-apparaat. Van As: “Het zijn uitgeklede versies met minder toeters en bellen dan een groot research-apparaat. Vooral voor onderwijs wil je eenvoudig en studenten kunnen deze apparaten goed bedienen.”

Van Eck besluit: “We kunnen studenten nu aan de hand van de spectra verschillen in stoffen laten zien. Maar het is slechts een begin, want andere atomen dan waterstof of vaste stoffen zijn met dit apparaat niet mogelijk.” Voor toekomstig analytisch chemici zijn hoogveld-NMR's daarom nog steeds onmisbaar.

### BENCHTOP-NMR-APPARATUUR OP DE MARKT

**Bruker:** Minispec mq serie 5-60 MHz

**LexMar Global:** MagStation Lite 2-60 MHz

**Magritek:** Spinsolve 42.5 MHz

**Nanalysis:** NMRReady 60 MHz

**Oxford instruments:** MQC 5 MHz en 23 MHz, Pulsar 60 MHz

**Thermo Fisher Scientific:** Picospin 45 MHz en 80 MHz

Advertentie



## ROTATIEFILMVERDAMPER RC600 OPTIMAAL VOOR DAGELIJKS GEBRUIK

### Pasklaar voor het laboratorium:

- **Direct gereed voor gebruik:** Centrale bediening voor alle functies met tiptoetsen en daardoor zeer eenvoudig.
- **Stevige constructie:** Het apparaat is ontworpen voor intensief gebruik.
- **Compact en veilig:** Waterbad zonder kabels en voorzien van schenktuit, eenvoudig wisselen van de kolf, traploze hoekverstelling van de condensator met draaiknop.
- **Als totaalpakket:** Samen met een KNF vacuümsysteem en Koeler ontstaat een perfect op elkaar afgestemd geheel.

### Neem contact met ons op voor een demonstratie:

info@knf-verder.nl  
www.knf-verder.nl

info@knf.be  
www.knf.be

**KNF**  
VERDER