

²⁹Si –NMR

²⁹Si ist ein Kern, der ein kleines, **negatives** gyromagnetisches Verhältnis besitzt. Bei einer normalen ¹H breitband-entkoppelten Aufnahme würde der NOE-Effekt zu einer Signalintensitätsreduktion oder sogar zu Signalverlust führen. Aus diesem Grund wird, wenn das ²⁹Si direkt gemessen werden soll, invers gated entkoppelt (²⁹Si{H}IG). Dies hat aber zur Folge, dass es zu keiner Signalverstärkung durch den NOE kommt, was längere Messzeiten bedeutet (drei mal länger als ein normales ¹³C, bedeutet ca. 3 Stunden).

Zudem werden Hintergrundsignale aus dem NMR-Glas und aus dem Glas des Probenkopfes, in Form eines breiten Peaks sichtbar.

Um dies zu umgehen, ist es besser eine Methode über den Polarisationstransfer zu wählen, z.B. das DEPT. Das verbessert die Empfindlichkeit um einen Faktor von bis zu 5, abhängig von der Anzahl der Protonen, die für den Polarisationstransfer verantwortlich sind. Die Messzeit verkürzt sich auf bis zu 5 Minuten.

Welches DEPT-Experiment benötigen Sie?

Anzahl der Protonen
am Silizium

: 1 2 3 6 9 12

Pulswinkel α

(in Grad)

: 90 45 35 24.1 19.5 16.8

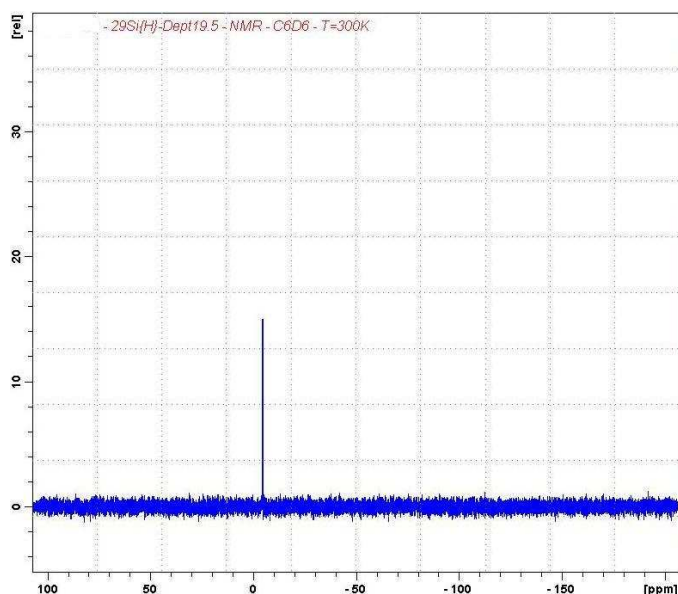


Abb. Beispielspektrum ²⁹Si{H}DEPT 19.5

Zur Messung

Es sind keine besonderen Absprachen zu treffen. Bitte das entsprechende DEPT-Experiment auf dem Auftragszettel angeben (z.B. $^{29}\text{Si}\{\text{H}\}\text{DEPT}19.5$). Zur Sicherheit sollte die Struktur mit angegeben werden.

Messbereich

Standardmessbereich: -200 ppm bis +100 ppm

Es sind aber auch Signale zwischen -580 und +270 ppm möglich.

Siehe entsprechende Literatur, z.B.:

- Prof. Dr. H. Marsmann, ^{29}Si -NMR Spectroscopic Results, Academic Press, 1999.