

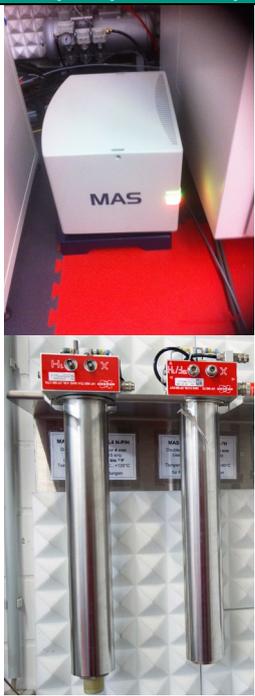
## Magnetresonanzverfahren zur Prozess- und Produktanalyse

Im Zuge der Erneuerung der Elektronik wurde das 400 MHz wide bore Gerät (BRUKER Avance Neo 400 WB, zugeordnet EBI-WCWT) in seiner Ausstattung komplettiert. Weiterhin sind Festkörper- und Flüssigkeits-NMR, letztere hauptsächlich in Form der Diffusionsspektroskopie, möglich. Zusätzlich ist eine Imaging-Ausstattung mit  $^1\text{H}$  (25 mm, Quadratur) und  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  (10 mm, 25 mm, Linear) zusammen mit einem MicWB40-Gradienten vorhanden. Für hochauflösende MRI steht eine  $\mu\text{Coil}$  zusammen mit dem Mirco5-Gradienten zur Verfügung.

Zur molekularen Charakterisierung kann das *wide-bore* 400 MHz-Spektrometer weiterhin genutzt werden. Das Spektrometer ist mit zwei Probenköpfen für Festkörperspektroskopie (MAS) und drei Probenköpfen für Flüssigkeitsspektroskopie ausgestattet.

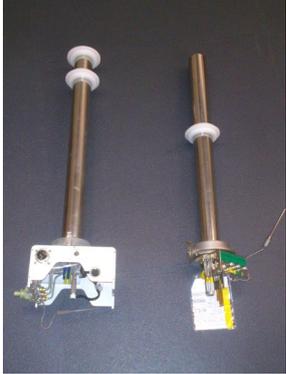


### Festkörperspektroskopie

	Technische Möglichkeiten	Anwendungsmöglichkeiten
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 4 mm-Doppelresonanz-CP/MAS-Probenkopf für Festkörper-NMR, Rotationsfrequenz bis 15 kHz, BB-Kanal abstimmbare über den Frequenzbereich <math>^{15}\text{N}</math>-<math>^{31}\text{P}</math> (40,5-161,9 MHz), sowie <math>^1\text{H}</math>-Kanal mit kompensierter Spule Temperaturbereich <math>-50^\circ\text{C}</math> bis <math>+120^\circ\text{C}</math></li> <li>• 2,5 mm-CP/MAS-Probenkopf für Festkörperanwendungen, Rotationsfrequenz bis 35 kHz, Frequenzbereich <math>^{17}\text{O}</math>-<math>^{31}\text{P}</math> (54,2–161,9 MHz) sowie <math>^{19}\text{F}</math>-<math>^1\text{H}</math> (376,3-400 MHz) Temperaturbereich <math>-70^\circ\text{C}</math> bis <math>+80^\circ\text{C}</math>; er ist besonders geeignet für Untersuchungen an empfindlichen Kernen mit Kernspin <math>\frac{1}{2}</math> (z. B. <math>^1\text{H}</math>, <math>^{19}\text{F}</math>, <math>^{31}\text{P}</math>) und mit elektrischem Quadrupolmoment (z. B. <math>^{27}\text{Al}</math>, <math>^{127}\text{I}</math>)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>^{13}\text{C}</math>-Spektroskopie, auch an nativen, nicht <math>^{13}\text{C}</math>-angereicherten festen Proben aus Technik und Umwelt</li> <li>• <math>^1\text{H}</math>-Spektroskopie an heterogenen Feststoffen mit relativ geringer Anzahl an <math>^1\text{H}</math></li> <li>• <math>^{13}\text{C}/^1\text{H}</math>-Korrelations-spektroskopie</li> <li>• <math>^{31}\text{P}</math>-Spektroskopie und andere X-Kern-Spektroskopie</li> <li>• Chemisch-strukturelle Charakterisierung von Biofilm-Matrizen</li> </ul>

Im Festkörper sind die für die NMR relevanten Wechselwirkungen aufgrund der relativ langsamen molekularen Dynamik nicht vollständig ausgemittelt, so dass breite Spektren resultieren. Mit MAS-Methoden (*magic angle spinning*) wird über die Mittelung von Wechselwirkungen die Linienbreite reduziert, so dass ein detaillierter Einblick in die molekulare Struktur gewonnen werden kann. Ein zusätzlicher Intensitätsgewinn kann durch Kreuzpolarisation (*cross polarisation* – CP) erhalten werden. Verfeinerungen der spektralen Information liefern spezielle Techniken wie z. B. *dipolar dephasing*. Die

zur Verfügung stehende Ausstattung bietet die Möglichkeit, auch für heterogene und nicht angereicherte Feststoffproben, wie sie oft in Verfahrenstechnik, Bio- und Chemieingenieurwesen anfallen, geeignete Messstrategien zu entwickeln. Daneben sind über Relaxationsmessungen auch Informationen zur molekularen Dynamik zugänglich.

Flüssigkeitsspektroskopie		
	Technische Möglichkeiten	Anwendungsmöglichkeiten
 	<ul style="list-style-type: none"> <li>• High-Resolution <math>^1\text{H}/^{19}\text{F}</math> Dual-Probenkopf, mit aktiv abgeschirmten Gradienten, 5mm-Röhrchen; optimiert für die Messung von <math>^1\text{H}</math>- und <math>^{19}\text{F}</math>-Spektren</li> <li>• Multikern-Kopf für Flüssigkeitsanwendungen, <math>^{109}\text{Ag}</math> - <math>^{31}\text{P}</math> (18,6–161,9 MHz); 10mm-Röhrchen; Detektion von <math>^1\text{H}</math> über den <math>^1\text{H}</math>-Entkopplungskanal (400 MHz), Lock-Kanal (<math>^2\text{H}</math>)</li> <li>• DiffBB Probenkopf für Diffusionsanwendungen für Proben in 5 mm Probenröhrchen; <math>^1\text{H}</math> und <math>^{19}\text{F}</math> sowie <math>^{31}\text{P}</math> bis <math>^{15}\text{N}</math>, <math>^2\text{H}</math> Lock-Kanal. Gepulste Gradienten bis 17 T/m. Variabler Temperaturbereich von <math>-40^\circ\text{C}</math> bis <math>150^\circ\text{C}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Messung hochaufgelöster <math>^1\text{H}</math>-Spektren von löslichen oder flüssigen Materialien</li> <li>• Untersuchungen an löslichen oder flüssigen fluorhaltigen oder fluorierten Verbindungen</li> <li>• Charakterisierung metabolischer Prozesse bei mikrobiellen Umsetzungen</li> <li>• Diffusion von Molekülen in Lösung sowie in unterschiedlichen Matrizen</li> <li>• Gehinderte und eingeschränkte Diffusion in dispersen und heterogenen Systemen</li> <li>• Emulsionsstudien</li> </ul>

Für die Flüssigkeitsspektroskopie stehen drei Probenköpfe zur Verfügung, mit denen eine Vielzahl NMR-aktiver Kerne gemessen werden kann. Neben klassischer Flüssigkeitsspektroskopie, die für Standards ab Juli 2020 auch am 300 MHz nanobay durchgeführt werden kann, sind gegenwärtig vor allem Diffusionsmessungen an Makromolekülen und von Molekülen in unterschiedlichen Matrizen von Interesse. Wie wird die translatorische Beweglichkeit durch Netzstrukturen beispielsweise in Hydrogelen beeinflusst? Auch disperse Systeme wie Emulsionen sind zu nennen, bei denen geometrisch eingeschränkte Diffusion eine wesentliche Rolle spielt. Zusätzlich lässt sich über die am Gerätezentrum in Karlsruhe zur Verfügung stehenden Geräte auch die Magnetfeldabhängigkeit von beispielsweise paramagnetischen Einflüssen, Stichwort PRE, quantifizieren.

## Imaging



### Technische Möglichkeiten

- Eine  $^1\text{H}$  25 mm-Quadraturspule zusammen mit einem MicWB40 Gradienten erlaubt empfindliche, auch zeitaufgelöste Messungen von 1D Profilen bzw. 2D / 3D Images bei Feldgradienten bis 1.5 T.
- $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  doppelresonante Birdcages für Imaging-Anwendungen an organischen Objekten, vorzugsweise von flüssigkeitsähnlichen Substanzen
- $\mu\text{Coil}$  für Messungen der Mikrostruktur kleinster Objekte, Ortsauflösung hier bis ans Diffusionslimit von  $6\ \mu\text{m}$  unter Nutzung des Diff30-Probenkopfs des 200 MHz Geräts.

### Anwendungsmöglichkeiten

- Struktur und Strömung in Biofilmen, Lebensmitteln und natürlichen Objekten
- Eindringverhalten von Flüssigkeiten in festkörperartige Strukturen
- Anlagerung von Nanopartikel an Trägersysteme der Wasserreinigung