

Niederfeld-NMR zur Prozess- und Produktanalyse

Niederfeld-NMR Geräte basieren auf Permanentmagneten und repräsentieren eine robuste und günstige Variante zur Untersuchung von Prozessen und Produkten mittels NMR. Die Kompaktheit der Geräte bedeutet eine hohe Mobilität und Flexibilität und eröffnet viele Anwendungsmöglichkeiten. Das hohe Potential von Niederfeld-NMR vor allem zur Qualitätskontrolle zeigt sich auch darin, dass die Methode industriell zum Einsatz kommt.

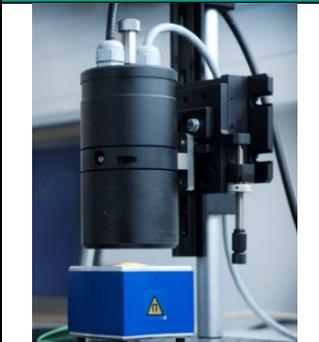
Im NMR Gerätezentrum Pro²NMR am KIT werden die Möglichkeiten der Niederfeld-NMR zur Prozess- und Produktanalyse erforscht und an praxisrelevanten Beispielen getestet. Pro²NMR ist mit diversen Geräten mit unterschiedlichen technischen Möglichkeiten ausgestattet, die eine Vielzahl von Anwendungen erlauben. Klassischerweise werden dabei unterschiedliche Relaxationseigenschaften oder Diffusionseigenschaften der Probe genutzt. Die Entwicklung der NMR-Hardware im Niederfeld erlaubt heutzutage auch spektroskopische Auflösung.

Relaxationseigenschaften & Diffusometrie

	Techn. Möglichkeiten	Anwendungsbeispiele
	<ul style="list-style-type: none"> • 20 MHz ¹H-Frequenz • 5-10 mm Röhrchen • 0-6 T/m γ-Gradient • Temperaturbereich – 100...+200°C 	<ul style="list-style-type: none"> • Charakterisierung von (Doppel-) Emulsionen • Fettmigration • Relaxationsuntersuchung an Polymeren • Cryoporometrie

Über Relaxationseigenschaften können viele Produktparameter u. a. bei polymeren Substanzen zugänglich gemacht werden. Vernetzungsdichten in Elastomeren und molekulare Mobilitäten von hochviskosen Flüssigkeiten können temperaturabhängig gemessen werden. Über die gepulsten Feldgradienten-NMR (PFG-NMR) werden Diffusionseigenschaften bestimmt. Beispielsweise können Tropfengrößenverteilungen und Dispersphasenanteile in Emulsionen über diese Methoden zerstörungsfrei und nichtinvasiv ermittelt werden. Es stehen am KIT mehrere Niederfeld-NMR-Spektrometer, z. B. am ITCP und MVM, zur Verfügung.

Single-Sided NMR

	Techn. Möglichkeiten	Anwendungsmöglichkeiten
	<ul style="list-style-type: none"> • 23 MHz ¹H-Frequenz • Mittlerer Gradient 13,3 T/m • Kopplung mit NIR möglich 	<ul style="list-style-type: none"> • Elastomercharakterisierung • On-line Untersuchung von Vernetzungsreaktionen • Diffusions- und Relaxationseigenschaften flüssiger Filme und viskoser Medien

Mittels NMR-Oberflächenverfahren (single-sided NMR) können Oberflächen von Objekten nahezu beliebiger Form und Größe untersucht werden. Auch hier können Relaxationseigenschaften Aufschluss über Produkteigenschaften geben, die mit anderen Messtechniken kaum zugänglich sind.

Selbst zeitlich variierende Parameter in Prozessen wie Vernetzungs- oder Verharzungsreaktionen können abgebildet werden.

Niederfeld-Spektroskopie		
	Techn. Möglichkeiten	Anwendungsmöglichkeiten
	<ul style="list-style-type: none"> • 80 MHz ^1H-Frequenz • 5 mm Röhrchen • Flussprobenköpfe, temperierbar bis 130°C • Online Kopplung im temperierten Bypass • GPC-Kopplung möglich 	<ul style="list-style-type: none"> • On-line Reaktionsmonitoring • Konzentrationsbestimmung wie z. B. Wasserquantifizierung in Pyrolyseölen oder Dispersionsphasenanteile in Emulsionen • Spektral aufgelöste Relaxometrie • ^1H Spektroskopie zur Ölalterung

Die spektroskopische Auflösung auch in 2D bietet einen direkten Zugang zur chemischen Zusammensetzung der Probe, deren Informationsgehalt um die spektral aufgelöste Relaxation erweitert werden kann. Dies kann unter anderem zum on-line Monitoring von Reaktionen mit kleinen Molekülen, aber auch für Polymerisierungen im temperierten Bypass genutzt werden. Am ITCP gibt es zudem die Kopplung mit der Größenausschlusschromatographie. Auch für die Charakterisierung von potentiellen MRI-Kontrastmitteln ist das Gerät geeignet und erlaubt, einen Messpunkt in der Relaxationsdispersion zu messen.

Gekoppelte Niederfeld-NMR und Scherrheometrie
Ansprechpartner: Prof. Manfred Wilhelm

Niederfeld-RheoNMR		
	Techn. Möglichkeiten	Anwendungsmöglichkeiten
	<ul style="list-style-type: none"> • TA ARES LS2 Rheometer • 30 MHz ^1H-Frequenz • 13 mm Platte-Platte und Kegel-Platte • temperierbar bis 220°C 	<ul style="list-style-type: none"> • Anteile harter/weicher Phasen • Kristallisationskinetiken unter Scherung / Vorscherung • FT-Rheometrie

Die Kombination von Niederfeld-NMR und Rheometrie ermöglicht eine kostengünstige simultane Messung von NMR-Relaxation und mechanischen Eigenschaften. Die Eigenentwicklung aus NMR-Einheit basierend auf einem Halbach-Array von Permanentmagneten ist in ein ARES-Rheometer (Rheometrics/TA Instruments) integriert. Eine Vielzahl von rheometrischen Mess- und Präparationsmethoden (steady shear, SAOS, LAOS) kann eingesetzt werden um Anwendungsfälle abzubilden und Materialien detailliert zu untersuchen. Die Temperierung erfolgt mit einem in die NMR-Einheit integrierten Stickstoffgas-Konvektionsofen. Kurze Pulslängen ($5\mu\text{s}$ 90°) und Totzeiten ($11\mu\text{s}$) des Probenkopfes ermöglichen die Erfassung der schnellen molekularen Dynamik in Festkörpern, z. B. in teilkristallinen Polymeren. Weitere Rheometer (TA ARES G2, DHR3) stehen für Vergleichsmessungen zur Verfügung.