


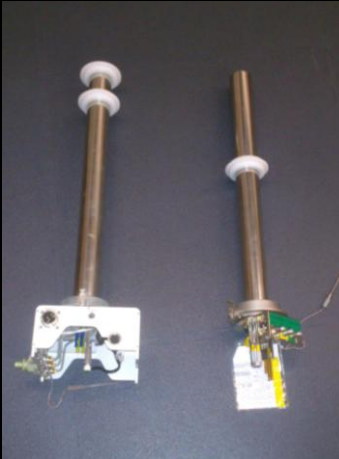
Magnetresonanzverfahren zur Prozess- und Produktanalyse

 Ansprechpartner: [Prof. Dr. Harald Horn](#)

Zur molekularen Charakterisierung von Stoffen und Produkten bei verschiedenen Prozessen steht im Gerätezentrum Pro²NMR am KIT ein *wide-bore* 400 MHz-Spektrometer zur Verfügung (BRUKER Avance 400 WB). Das Spektrometer ist mit zwei Probenköpfen für Festkörperspektroskopie (MAS) und zwei Probenköpfen für Flüssigkeitsspektroskopie ausgestattet.

Festkörperspektroskopie		
	Technische Möglichkeiten	Anwendungsmöglichkeiten
	<ul style="list-style-type: none"> • 4-mm-Doppelresonanz-CP/MAS-Probenkopf für Festkörperanwendungen, Rotationsfrequenz bis 15 kHz, BB-Kanal abstimmbar über den Frequenzbereich ¹⁵N-³¹P (40,5-161,9 MHz), sowie ¹H-Kanal mit kompensierter Spule Temperaturbereich –50°C bis +120°C • 2,5-mm-CP/MAS-Probenkopf für Festkörperanwendungen, Rotationsfrequenz bis 35 kHz, Frequenzbereich ¹⁷O-³¹P (54,2–161,9 MHz) sowie ¹⁹F-¹H (376,3-400 MHz) Temperaturbereich –70°C bis +80°C; er ist besonders geeignet für Untersuchungen an empfindlichen Kernen mit Kernspin ½ (z. B. ¹H, ¹⁹F, ³¹P) und mit elektrischem Quadrupolmoment (z. B. ²⁷Al, ¹²⁷I) 	<ul style="list-style-type: none"> • ¹³C-Spektroskopie, auch an nativen, nicht ¹³C-angereicherten festen Proben aus Technik und Umwelt • ¹H-Spektroskopie an heterogenen Feststoffen mit relativ geringer Protonenzahl • ¹³C/¹H-Korrelationspektroskopie • ³¹P-Spektroskopie und andere X-Kern-Spektroskopie • strukturelle Charakterisierung von Biofilm-Matrizes

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 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"> • High-Resolution $^1\text{H}/^{19}\text{F}$ Dual-Probenkopf, mit aktiv abgeschirmten Gradienten, 5mm-Röhrchen; optimiert für die Aufnahme von ^1H- und ^{19}F-Spektren • Multikern-Kopf für Flüssigkeitsanwendungen, ^{109}Ag - ^{31}P (18,6–161,9 MHz); 10mm-Röhrchen; Detektion von Protonen über den ^1H-Entkopplungskanal (400 MHz), Lock-Kanal (^2H) 	<ul style="list-style-type: none"> • Aufnahme hochauflöster ^1H-Spektren von löslichen oder flüssigen Materialien • Untersuchungen an löslichen oder flüssigen fluorhaltigen oder fluorierten Verbindungen • Charakterisierung metabolischer Prozesse bei mikrobiellen Umsetzungen

Für die Flüssigkeitsspektroskopie stehen zwei Probenköpfe zur Verfügung, mit denen eine Vielzahl NMR-aktiver Kerne gemessen werden kann. Dabei lässt sich über die am Gerätezentrum in Karlsruhe zur Verfügung stehenden Geräte auch die Feldabhängigkeit von beispielsweise paramagnetischen Einflüssen detektieren. Die dadurch zugänglichen Informationen über die komplexen Stoffgemische in der Verfahrenstechnik bieten die Möglichkeit der Prozessoptimierung.