

Inhalt

1. Einleitung	1
2. Grundlagen der NMR	5
2.1. Der Kernspin	5
2.2. Energielevel und Übergänge	7
2.3. Wechselwirkungen in der NMR-Spektroskopie	11
2.3.1. Chemische Verschiebung	11
2.3.2. Dipolare Wechselwirkung	14
2.3.3. <i>J</i> -Kopplung	16
2.4. Anregung und Relaxation	16
2.4.1. Bloch-Gleichungen	18
2.4.2. Spin-Gitter Relaxation	21
2.4.3. Spin-Spin Relaxation	25
2.5. Sensitivität	28
2.5.1. Signal und Rauschen	29
2.5.2. Das Magnetfeld	30
2.5.3. Ernst-Winkel	31
3. Grundlagen der Chromatographie	33
3.1. Prinzip und Funktionsweise der GPC	34
3.1.1. Molmassenverteilung	34
3.1.2. Das Trennprinzip der GPC	36
3.1.3. Die van Deemter-Kurve	39
3.2. Detektoren	42
3.2.1. Konzentrationsdetektoren	43
3.2.2. Molmassensensitive Detektoren	44
3.3. Gekoppelte Techniken in der GPC-Analytik	46
4. Realisierung eines gekoppelten GPC-MR-NMR-Systems	49
4.1. NMR-Spektrometer	49
4.1.1. Selektivität	51
4.1.2. Sensitivität	60
4.2. GPC-Anlage	69
4.3. GPC-NMR-Kopplung	72
4.3.1. Charakterisierung der Flusszelle mittels MRI	79

Inhalt

4.3.2.	Pulse-Tracer-Experimente	81
4.3.3.	Signaloptimierungen im Fluss	87
4.3.4.	Lösungsmittelunterdrückung durch gezielte Pulssequenzentwicklung für die GPC-NMR	98
5.	Ergebnisse der GPC-MR-NMR-Kopplung	111
5.1.	Charakterisierung von Polymeren mittels MR-NMR	111
5.1.1.	Spektraler Fingerprint	111
5.1.2.	Longitudinale Relaxation	113
5.2.	Experimente im kontinuierlichen Fluss	117
5.2.1.	Messungen in organischen Lösungsmitteln	119
5.2.2.	Messungen in wässrigen Lösungsmitteln	130
5.3.	Auswertestrategien	136
5.4.	Stopped-flow Experimente	144
5.5.	Fazit der GPC-MR-NMR-Kopplung und Ausblick	150
5.5.1.	Ergebnis der on-line und stopped-flow Messungen	150
5.5.2.	Software- und Hardwareverbesserungsmöglichkeiten im Hinblick auf Einrichtung und Kommerzialisierung	153
6.	Weitere Anwendungsoptionen des MR-NMR-Spektrometers	159
6.1.1.	Zusammensetzung von Fettsäuren	159
6.1.2.	Konzentrationsbestimmung von binären und ternären Gemischen	161
6.1.3.	On-line Prozessanalyse	166
7.	Zusammenfassung und Ausblick	169
8.	Appendix	173
9.	Abkürzungen (<i>in alphabetischer Reihenfolge</i>)	175
10.	Abbildungen	179
11.	Literatur	187
12.	Danksagung	193
13.	Lebenslauf	197
14.	Publikationen	199