

Inhalt

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