

**14. Workshop des Arbeitskreises NMR-Spektroskopie
der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie
„Strukturelle Identifizierung von Protonen in Mineralen und
technischen Materialien mittels ^1H Festkörper NMR Spektroskopie“
06. bis 07. Oktober 2005 in Bochum**

Beim 14. Workshop des Arbeitskreises NMR Spektroskopie stand das Proton im Mittelpunkt des Geschehens. Insgesamt acht Teilnehmer waren angereist, um festzustellen, wo die Problematik und die Stärke der ^1H Festkörper NMR Spektroskopie bei Materialien und Mineralen mit niedrigen und hohen Wasserstoffgehalten liegt.

Der erste Tag war den Materialien gewidmet, die hohe Protonengehalte aufweisen. Um allen Teilnehmern, die sehr unterschiedliche Kenntnisse in der Festkörper NMR Spektroskopie aufwiesen, gleiche Voraussetzungen zu ermöglichen, wurden auch die theoretischen NMR-Grundlagen für das Proton angerissen. Neben der für die NMR als Basis wesentlichen Zeeman Wechselwirkung wurden die homonukleare Dipol-Dipol Wechselwirkung und die Chemische Verschiebungsanisotropie vorgestellt, die die eigentliche Information über die Lokallumgebung liefern. Auch Standardverfahren wie das Magic Angle Spinning (MAS) wurden noch mal beleuchtet. Daneben wurden wichtige Multipulssequenzen vorgestellt, die gerade an stark protonenhaltigen Materialien angewendet werden, um die dann sehr starke homonukleare Dipolwechselwirkung zu reduzieren. So wurden unter anderem die Funktionsweise der WAHUA-4 (Waugh, Huber und Haeberlen) und die MREV-8 Sequenz (Mansfield, Rhim, Elleman und Vaughn) erklärt. Nach einer kurzen Kaffeepause zeigte sich dann, welche strukturelle Umgebung zu welchem typischen NMR Signal führt und der Einfluss dynamischer Prozesse auf die Spektren. Nach dem Mittagessen wurden dann temperaturabhängige Messungen an Triammoniumhydrogendisulfaten durchgeführt. Diese Experimente zeigten sehr schön, wie anhand der Änderungen der Signallinienbreiten einzelne dynamische Prozesse beobachtet werden konnten. Aus den ermittelten Intensität gegen Zeit Diagrammen war dann eine Abschätzung der einzelnen Aktivierungsenergien möglich. Abends klang dann der Abend im „Summa Cum Laude“ bei gutem Essen und einem großen Bier aus.

Am zweiten Tag lag der Schwerpunkt auf solchen Substanzen, die nur geringe Protonenmengen aufweisen. Hier zeigte sich, dass dies zu großen Schwierigkeiten führen kann, da dann das Signal von der Probenumgebung (Probenkopfsignal) deutlichen Einfluss zeigt. Nachmittags wurde anhand von Beispielproben gezeigt, wie sich dieser Effekt gezielt durch die DEPTH Pulssequenz oder das Hahn-Echo ausschalten lässt. Weiterhin ermöglichten die gemessenen Spektren von Wasser in Gips und Analcit die Bestimmung des Wasserstoffabstandes, da die Wassermoleküle hier isoliert im Festkörper vorliegen.

Zusammenfassend bot der Workshop eine gute Übersicht, in welchen Materialien Protonen vorliegen können, welche strukturelle Informationen man mit Hilfe der Festkörper NMR Spektroskopie über sie bekommt und welche Problematik bei den Messungen stark protonenhaltiger sowie protonenarmer Substanzen auftreten kann.

Michael Fechtelkord, Bochum