

Ihr Zeichen | Ihre Nachricht vom

Unser Zeichen | Unsere Nachricht vom

Datum

01. Januar 2022

## Nutzerordnung für das Geowissenschaftliche Festkörper NMR Spektrometer

Diese Nutzerordnung ist den Empfehlungen der DFG vom 25.11.2011 angelehnt und verbindlich für alle Nutzer des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers.

### §1 Aufgabe

Die Aufgabe des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers des Institutes für Geologie, Mineralogie und Geophysik an der Ruhr-Universität Bochum besteht darin, Messungen am Spektrometer für die einzelnen Arbeitsgruppen des Institutes sowie benachbarte Fakultäten als auch für auswärtige geowissenschaftlich arbeitende Forschergruppen zu ermöglichen.

### §2 Ausstattung des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers

Das Gemeinschaftsprojekt "Geowissenschaftliches NMR" wurde 1993 von den Mineralogischen Instituten der Universitäten Bochum, Hannover, Kiel, Mainz und Münster bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) beantragt und von der DFG genehmigt. Im September 2019 wurde von der DFG eine Ersatzbeschaffung für das alte Bruker ASX 400 empfohlen. Das neue Bruker AVANCE NEO 400 Festkörper NMR Spektrometer ist mit verschiedenen Probenköpfen ausgestattet. Die genaue Ausstattung ist in Anhang 1 aufgeführt.

### §3 Nutzerkreis

Die Nutzung des Geowissenschaftlichen NMR-Spektrometers richtet sich vorwiegend an geowissenschaftlich orientierte Forscher. Diese sollen die Möglichkeit mit Hilfe der Kernspinresonanz

Fragestellungen zu klären, die vorwiegend den atomaren Aufbau und hier vor allem die Lokalstruktur betreffen. Aber auch andere naturwissenschaftliche Disziplinen sind herzlich willkommen.

Im Wesentlichen wird hier nach internen, also Arbeitsgruppen des Institutes sowie fakultätsübergreifenden Gruppen innerhalb der Ruhr-Universität und externen Nutzergruppen aus dem Grundlagenforschungsbereich anderer Universitäten innerhalb der Bundesrepublik Deutschland unterschieden.

Innerhalb der Arbeitsgruppen wird wiederum unterschieden nach solchen, die ein langfristiges Projekt am Geowissenschaftlichen NMR Spektrometer planen und damit über mehrere Jahre regelmäßige Messungen durchführen und solchen, die kurzfristige, nicht regelmäßige Messzeiten benötigen und nur eine geringe Anzahl von Messungen durchführen müssen.

#### **§4 Leistungen des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers**

Das derzeitige Messangebot des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers geht aus der vorhandenen Ausstattung hervor (siehe §2). Eine Erweiterung ist durch Einwerben von entsprechenden Geräten und Meßtechniken (z.B. neue Probenköpfe) der jeweilig beteiligten Arbeitsgruppen möglich.

#### **§5 Experimentelle Durchführung und Betreuung**

Die Durchführung und Betreuung der Messungen hängt von der Art der Nutzung der jeweiligen Arbeitsgruppe ab. Langfristige Projekte von Arbeitsgruppen mit regelmäßigen Messungen werden durch Mitarbeiter dieser Arbeitsgruppe selbstständig durchgeführt. Die Interessenten werden vom betreuenden Personal in die Handhabung des Spektrometers und die benötigten Meßtechniken eingeführt, so dass Routinemessungen selbsttätig ohne Aufsicht durchgeführt werden können, je nach Eigenständigkeit auch am Wochenende. Beschädigungen, die durch Fehlbedienung oder Fahrlässigkeit der verantwortlichen Mitarbeiter entstehen, müssen durch den zuständigen Lehrstuhl ersetzt werden. Die Messzeitvergabe erfolgt wöchentlich nach Kalenderwochen (jeweils Montag – Sonntag).

Kurzfristige Messungen mit einer kleineren Anzahl von Proben, die nicht regelmäßig erfolgen, werden durch die das Spektrometer betreuenden Mitarbeiter durchgeführt.

## §6 Veröffentlichung der Daten

Bei Veröffentlichung der am Geowissenschaftlichen NMR Spektrometer aufgenommenen Daten in wissenschaftlichen Artikeln und bei einer wesentlichen Mithilfe in der Auswertung und Interpretation bittet der verantwortliche Laborleiter um Co-Autorenschaft. In allen anderen Fällen, bitten wir um Nennung in der Danksagung (Acknowledgements) wie folgt „Dr. Michael Fechtelkord vom Geowissenschaftlichen NMR Spektrometer am Institut für Geologie, Mineralogie und Geophysik der Ruhr-Universität Bochum“.

## §7 Messzeitvergabe

Die Messzeitvergabe erfolgt bei einer entsprechenden Anzahl von beteiligten Langzeitprojekten halbjährlich und wird ansonsten kurzfristig vergeben. Sie kann bei den unter 2.9 und 3. angegebenen Mitarbeitern erfragt und beantragt werden. Langzeitprojekte mit einer pauschalen Buchung für das Kalenderjahr (01.01.-31.12.) genießen bei der Vergabe der Meßzeit Vorrang. Diese haben ein Anrecht auf mindestens 12 Wochen, aber höchstens 15 Wochen Meßzeit. Es werden nur so viele Langzeitprojekte mit pauschaler Jahresbuchung aufgenommen, dass noch genügend Reservezeiten für Wartung und kurzfristige Messungen vorhanden bleiben (in der Regel 4 Kalenderwochen pro halbes Jahr) und somit Überbuchungen grundsätzlich vermieden werden. Bei einer möglichen Überbuchung und Interessenskonflikten der beteiligten Nutzer entscheidet der verantwortliche Laborleiter (PD Dr. Michael Fechtelkord) über die zuzuteilenden Messzeiten nach einer Prioritätenliste, die die Dringlichkeit der Messungen für die das jeweilige Projekt und die betroffenen Nutzer berücksichtigt. Die Messzeiten sind auf den Webseiten des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers einsehbar.

## §8 Nutzungsentgelte

Die Nutzung des Geowissenschaftlichen NMR-Spektrometers ist kostenpflichtig. Die Höhe der Nutzungsentgelte hängt dabei von der Art der Nutzung (eigenständige Messungen oder betreute Messungen) und vom Messzeitumfang ab (Staffelung in Stunden, Kalenderwochen und Kalenderjahre). Die Nutzungsentgelte können dem Anhang 2 entnommen werden.

## §9 Betreuendes Personal

Die Mitarbeiter des Geowissenschaftlichen NMR führen die Messungen für kleinere Messaufträge durch und arbeiten Mitarbeiter von Langzeitprojekten in das Gerät ein. Sie stehen auch für die Beratung der Nutzer zur Verfügung und sorgen zudem für die Wartung sowie Reparatur des

Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers. Die Kontaktinformationen der verantwortlichen Mitarbeiter befinden sich auf den Webseiten des Geowissenschaftlichen NMR Spektrometers.

Dr. Michael Fechtelkord,  
Verantwortlicher Laborleiter

Stand 01/2022

## Anhang 1

### Ausstattung des Festkörper-NMR Spektrometers AVANCE NEO 400

#### *Ausstattung der Spektrometerkonsole*

Die Ausrüstung der neuen Konsole (400 MHz,  $B_0 = 9.397$  Tesla) umfasst drei leistungsstarke Sender und folgende Komponenten für  $^1\text{H}$  /  $^{19}\text{F}$  und X-Kerne:

#### **Bruker Orthogonal-Shim-System BOSS I WB**

- + Hochleistungsniederstrom-Shim-System
- + 17 Gradienten
- + geringe Leistungsaufnahme
- + minimale Wärmeentwicklung
- + optimale Homogenität

#### **Bruker Wide-Bore-Probentransfer-System (Bruker Sample Transfer, BST)**

- + Probeneinbringung in das magnetische Zentrum
- + vorbereitet für Kühlung des Shim-Systems

#### **Wesentliche Systemkomponenten**

- 19 inch-Edelstahlschrank mit HF-Abschirmung (z.B. gegen DVB-T, ATSC, ISDB-T und DTMB)
- moderner Ethernet Router mit bis zu 14 TCP/IP Ethernet-Anschlüssen für interne und externe Spektrometerkomponenten wie z.B. Probenwechsler, Kryo-Plattformen, Magnetkontrollenheiten etc.
- Energiemanagement-System (Power Distribution Unit, PDU) für softwaregesteuertes Ein-/Ausschalten der Konsole
- vielfältige und flexible Spektrometersteuerung durch dedizierte, im System integrierte Prozessiereinheit (Embedded Processing Unit, EPU) inkl. separater 1TB-Festplatte

#### **Wesentliche Akquisitionseigenschaften**

- 80 MHz-Systemuhr, synchron auf allen Kanälen mit Schaltzeiten von 12,5 ns
- Zeit- und Gradientensteuerung (Timing and Gradient Control Unit, GTU) für Gradientenverstärker und Taktung des gesamten Systems (alle HF-Kanäle, Gradienten, Echtzeit-Pulse, Trigger, etc.)
- bis zu 8 Sende-/Empfangseinheiten (TRX1200) mit je einem vollbreitbandigen Sende- und Empfangskanal bis zu 1,2 GHz
- Gradientensteuerung mit einer Zeitauflösung von 12,5 ns für Z- und XYZ-Gradienten
- Pulsprogramm synchronisierung mit bis zu 4 Triggereingängen mit einer Zeitauflösung von 12,5 ns (z.B. für High-Speed-MAS-Rotorsynchronisation bei 111 kHz)
- NMR-synchronisierter Echtzeitausgang für die Ansteuerung von externem Zubehör (z.B. Laser-Systeme, Pumpen), bis zu 11 unabhängige Steuerfunktionen mit einer Zeitauflösung von 12,5 ns

#### **Bruker Magnet-Kontroll- und Digitallocksystem (BSMS)**

- ultrastabile Shim-Stromquellen für Bruker Raumtemperatur-Shim-Systeme
  - optionales Ethernet-basiertes Bruker Digital NMR-Lock (2G DigiLock) für <sup>2</sup>H- und/oder <sup>19</sup>F-Kerne (L-TRX, L-<sup>19</sup>F) in Verbindung mit einer ultrastabilen, ultrarauscharmen Bo-Stromquelle (ELCB)
  - optionale Temperiereinheit (Bruker Smart Variable Temperature Control, BSVT) für die Steuerung von bis zu vier unabhängigen Temperaturkanälen, optionalen Kühleinheiten (Bruker SmartCoolers, z.B. BCU-I), optionalem Tief- (LN<sub>2</sub> Wärmetauscher/Evaporator) und Hochtemperaturzubehör
  - optionale 10A-Hochauflösungs-NMR-Gradientenverstärker (GAB/2)
- + Systeme mit 2G DigiLock und SmartVT unterstützen Bruker NMR Thermometer (z.B. zur Messung und Regulierung der Proben temperatur im Probenröhrchen)

#### **Steuereinheit für das Hochleistungsvorverstärkersystem (HPPR)**

- Multi-recv-ready ohne zusätzliche Anschlüsse oder Komponenten für bis zu 8 Empfangs-Kanäle
- streufeldkonforme Touch-Screen-Schnittstelle Mensch/Maschine. Anzeige für eine einfache Einstellung des magischen Winkels am Probenkopf
- integrierte HF-Spannungsüberwachung für schnelle Abschaltungen (in Verbindung mit PICS)
- unterstützt bis zu 8 HF-Vorverstärker
- exaktes Tuning und Matching durch werkseitig kalibrierte Vorverstärker und integriertes automatisches Tuning und Matching (bei Probenköpfen mit ATM), keine separate Einheit erforderlich

### ***Probenkopfausstattung***

#### **CPMAS WB-Doppelresonanz-Probenkopf 2,5**

CPMAS H/X-DVT-Doppelresonanz-Probenkopf mit erweitertem Abstimmbereich des 1H-Kanals für WB-Festkörper-NMR

- 2,5 mm
- X-Kanal abstimmbar von 31P bis 15N
- High-Power-Entkopplung von 1H bis 19F
- Temperaturbereich -50°C bis 80°C
- maximale Rotationsfrequenz 35 kHz, nur für Bruker-Rotoren spezifiziert
- 3 Zirkonoxid-Rotoren, Rotorpacker, Kappenabzieher

#### **CPMAS WB-Doppelresonanz-Probenkopf 4 mm**

CPMAS H/X-WVT-Doppelresonanz-Probenkopf mit erweitertem Temperaturbereich und erweitertem Abstimmbereich des 1H-Kanals für WB-Festkörper-NMR

- 4 mm
- X-Kanal abstimmbar von 31P bis 15N
- High-Power-Entkopplung von 1H bis 19F
- Temperaturbereich -120°C bis 300°C
- maximale Rotationsfrequenz 15 kHz, nur für Bruker-Rotoren spezifiziert
- 3 Zirkonoxid-Rotoren, Rotorpacker, Kappenabzieher

#### **CPMAS WB-Dreifachresonanz-Probenkopf 4,0**

CPMAS H/X/Y-DVT-Dreifachresonanz-Probenkopf mit erweitertem Abstimmbereich des 1H-Kanals für WB-Festkörper-NMR

- 4 mm
- austauschbare Inserts definieren den Abstimmbereich des X-Kanals auf eine feste Frequenz zwischen 31P und 2H
- Abstimmbereich des Y-Kanals wird durch die Frequenz des X-Kanals bestimmt: höchste Y-Frequenz 11B, niedrigste Y-Frequenz 15N

- High-Power-Entkopplung von 1H bis 19F
  - Temperaturbereich -130°C bis 150°C
  - maximale Rotationsfrequenz 15 kHz, nur für Bruker-Rotoren spezifiziert
  - 1H/13C/15N-Insert
  - 3 Zirkonoxid-Rotoren, Rotorpacker, Kappenabzieher
- + Ohne Insert kann der Probenkopf als Doppelresonanzprobenkopf (X-Kanal abstimbar von 31P bis 15N) genutzt werden.

#### **CPMAS WB-Doppelresonanz-Probenkopf 7 mm**

CPMAS H/X-DVT-Doppelresonanz-Probenkopf für WB-Festkörper-NMR

- 7 mm
- X-Kanal abstimbar von 31P bis 15N
- 1H-High-Power-Entkopplung
- Temperaturbereich -130°C bis 150°C
- maximale Rotationsfrequenz 7 kHz, nur für Bruker-Rotoren spezifiziert
- 3 Zirkonoxid-Rotoren, Rotorpacker, Kappenabzieher

#### **Statischer Breitband-Probenkopf**

für Festkörper-Breitlinien-NMR-Spektroskopie

- 3 austauschbare-Solenoid Spulen (5 mm High-Range, 5 mm 2H-Frequenz und 10 mm Low-Range bis 400 MHz bzw. 5 mm Low-Range für 500 MHz)
- Abstimmbereich 109Ag bis 31P
- Keramik-Probenkammer
- Temperaturbereich -150°C bis +400°C

## Anhang 2

### **Nutzungsentgelte für das Geowissenschaftliche NMR Spektrometer**

#### a) INTERNE ARBEITSGRUPPEN

Die Mittel werden vor Aufnahme der Messungen per Rechnung zugunsten der für das Geowissenschaftliche NMR gültigen Finanzstelle abgewickelt.

##### a 1) *Kurzfristige nicht regelmäßige Messungen mit begrenztem Zeitaufwand*

Abrechnung auf Stundenbasis nach vorab kalkuliertem Meßzeitbedarf – Messungen werden von unserem Personal durchgeführt

Die Messungen werden personaltechnisch von unserer Seite durchgeführt. Der Interessent kann vor Auftragvergabe mit uns die Messungen und Fragestellungen durchgehen. Auf dieser Basis berechnen wir den Zeitbedarf für die Aufnahme der Spektren und die Spektrenausgabe (Plots). Die Messdaten können im Bruker WinNMR Format oder als ASCII File mitgenommen und selbst ausgewertet werden (z.B. mit DMFit2010 von D. Massiot).

Nutzungsentgelt pro angefangene Stunde:

10,00 €

Zusätzliche Kosten für Kühlgase oder Stickstoffgas bei Kühl/Heizmessungen bzw. Spektrenauswertung von unserer Seite werden separat fällig.

##### a 2) *Langfristige Projekte – Regelmäßige Messungen über längere Zeiträume*

Die Messungen (Routinemessungen) werden personaltechnisch von technischen Mitarbeitern / Doktoranden / Wissenschaftlern der einzelnen Arbeitsgruppen durchgeführt. Die Interessenten werden von uns vorab in die Bedienung des Spektrometers eingewiesen, so dass Routinemessungen selbsttätig ohne Aufsicht durchgeführt werden können, je nach Eigenständigkeit auch am Wochenende. Beschädigungen, die durch Fehlbedienung oder Fahrlässigkeit der verantwortlichen Mitarbeiter entstehen, müssen durch den zuständigen Lehrstuhl ersetzt werden. Die Messdaten können im Bruker WinNMR Format oder als ASCII File mitgenommen und selbst ausgewertet werden (z.B. mit DMFit2010 von D. Massiot).



Nutzungsentgelt pauschal pro Tag:	100,00 €
Nutzungsentgelt pauschal pro Kalenderwoche (Mo – So):	500,00 €
Nutzungsentgelt pauschal pro Kalenderjahr (01.01.-31.12.) (mindestens 12 Wochen; höchstens 15 Wochen):	5000,00 €

Zusätzliche Kosten für Kühlgase oder Stickstoffgas bei Kühl/Heizmessungen bzw. Spektrenauswertung von unserer Seite werden separat fällig.

#### b) EXTERNE ARBEITSGRUPPEN

Die Mittel werden nach Aufnahme der Messungen per Rechnung zugunsten der für das Geowissenschaftliche NMR gültigen Finanzstelle abgewickelt.

Die Kosten richten sich nach der Nutzungsart wie unter Punkt a1) und a2) beschrieben.

Arbeitsgruppe: \_\_\_\_\_

Institut: \_\_\_\_\_

Universität: \_\_\_\_\_

Adresszusatz: \_\_\_\_\_

Straße: \_\_\_\_\_

Postleitzahl, Ort: \_\_\_\_\_

Telefon: \_\_\_\_\_

Fax: \_\_\_\_\_

e-mail: \_\_\_\_\_

### Anerkennung der Nutzerordnung

Der Inhalt der Nutzerordnung 2022 für das Geowissenschaftliche NMR Spektrometer des Institutes für Geologie, Mineralogie und Geophysik an der Ruhr-Universität Bochum in der Fassung 01 / 2022 ist uns bekannt. Wir erkennen alle Rechte und Pflichten, die sich aus der Nutzerordnung 2022 ergeben, an.

Ort und Datum: \_\_\_\_\_ Unterschrift: \_\_\_\_\_

Name des Unterschreibenden in Druckschrift: \_\_\_\_\_

(Institutsstempel)