

Was tut sich in der NMR / EPR ?

Steigerung der Sensitivität durch Miniaturisierung

Aktuelle Publikationen und Pressemeldungen lassen aufhorchen [1]. Hochauflösende NMR-Spektroskopie soll in naher Zukunft mit wesentlich kleineren Stoffmengen als heutzutage möglich sein. Das Schlüsselwort heißt dabei Miniaturisierung.

Nun was steckt dahinter? Für den interessierten Leser sei an dieser Stelle auf den Review Artikel von van Bentum et al., „Towards nuclear magnetic resonance μ -spectroscopy and μ -imaging“, aus dem Jahr 2004 verwiesen [2]. Für den eiligen Leser hier eine reduzierte Darstellung der zugrunde liegenden Physik:

Das Signal zu Rauschverhältnis (SNR) des NMR-Detektors ist neben anderen Parametern direkt proportional der Empfindlichkeit der eingesetzten Detektor-spule. Die zwei maßgeblichen Parameter sind dabei der Innenwiderstand der Spule (R), der möglichst klein sein sollte, und die in der Spule erreichbare, auf den eingesetzten Strom normierte Feldstärke des Radiofrequenzfeldes (B_1/I), die möglichst groß sein sollte. Damit ergibt sich:

Der Effekt, der mit der Miniaturisierung verbunden ist, läßt sich sehr anschaulich in einer Graphik (Abb. 1) darstellen, bei der die mit einem Einheitsstrom $I=1A$ erzeugbaren B_1 -Felder für drei einfache Leiterschleifen mit Innendurchmessern (D_i) von $100\ \mu m$, $500\ \mu m$ und $2500\ \mu m$ entlang der Normalen der Leiterschleifenebene aufgetragen sind. Die Spule mit $100\ \mu m$ Durchmesser weist ein um den Faktor 5 bis 6 höheres B_1 Feld auf als die mit $D_i = 500\ \mu m$, was nach dem

Reziprozitäts-Prinzip zwischen Senden und Empfang, einer gleich hohen Steigerung der Empfindlichkeit entspricht. Dieser Empfindlichkeitsgewinn wird allerdings nur dann beobachtet, wenn in beiden Anordnungen die gleiche Stoffmenge (N) der zu untersuchenden Substanz vorhanden ist ($SNR \sim N$). Das entspricht für die $100\ \mu m$ Spule einer Konzentrationserhöhung und damit einer Erhöhung des Füllfaktors der zu untersuchenden Substanz von 1:125 (die Annahmen sind dabei „aktive“ Volumina von ca. $393\ pl = [50\ \mu m]^2 * \pi * 100\ \mu m$ in der $100\ \mu m$ Spule und ca. $49\ nl = [250\ \mu m]^2 * \pi * 500\ \mu m$ in der $500\ \mu m$ Spule). Die Verwendung miniaturisierter Spulen ist demnach vor allem für Proben sinnvoll, die nur in begrenzter Menge verfügbar sind und entsprechend hoch konzentriert werden können.

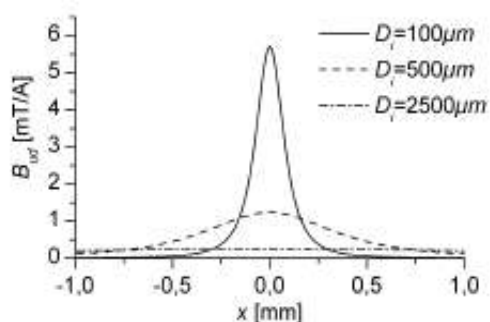


Abbildung 1: Einfluss des Spulendurchmessers D_i auf die Empfindlichkeit (B_1/I)

Für das Design der Mikrospulen gibt es im Wesentlichen zwei Konzepte. Entweder man verwendet kleine Spulen mit mehreren Wicklungen (Solenoid oder planare Spiralspulen) und erhöht damit das Strom-normierte B_1 -Feld (siehe hierzu die aktuelle Arbeit von Massin et al. [3]) oder man verwendet Streifenleiter basierte Designs die ein moderates Strom-

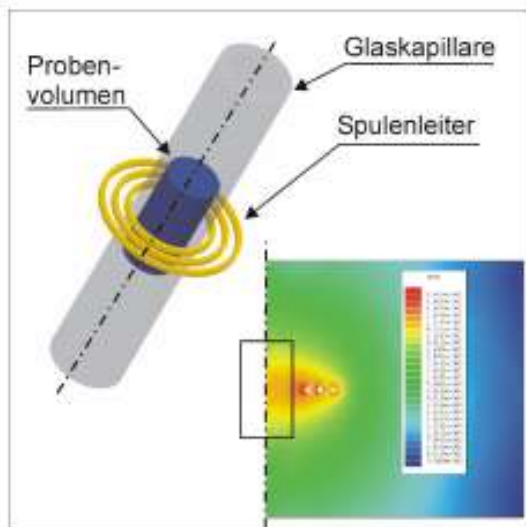


Abbildung 2: Schematische Darstellung einer planaren Spiralspule analog zu [3].

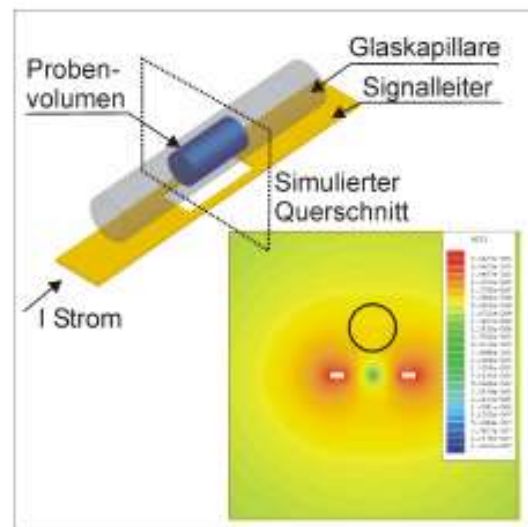


Abbildung 3: Schematische Darstellung eines Mikrostreifenleiters mit Schlitz analog zu [1].

normiertes B_1 -Feld liefern, dafür aber einen sehr geringen Innenwiderstand aufweisen, wie in der aktuellen Arbeit von Maguire et al. [1].

Die letzte technische Herausforderung für den routinemäßigen Einsatz von Mikrospulen für die hochauflösende NMR-Spektroskopie liegt in der Beherrschung der starken B_0 -Feldgradienten, hervorgerufen durch Suszeptibilitätsunterschiede in den verwendeten Materialien bzw. der Probe. Typische Linienbreiten, die man beim Einsatz von Mikrospulen mit hohem Füllfaktor beobachtet, liegen zur Zeit noch bei 5 bis 50 Hz.

[1] Yael Maguire, Isaac L. Chuang, Shuguang Zhang, and Neil Gershenfeld, Ultra-small-sample molecular structure detection using microslot waveguide nuclear spin resonance, PNAS 2007;104:9198-9203.

[2] P. J. M. van Bentum, J. W. G. Janssen and A. P. M. Kentgens, Towards nuclear magnetic resonance μ -spectroscopy and μ -imaging, Analyst, 2004, 129, 793–803.

[3] Klaus Ehrmann, Nicolas Saillen, Franck Vincent, Matthieu Stettler, Martin Jordan, Florian Maria Wurm, Pierre-Andre Besse and Radivoje Popovica, Microfabricated solenoids and Helmholtz coils for NMR spectroscopy of mammalian cells, Lab Chip, 2007, 7, 373–380.

(T. Riemer, Leipzig)

European NMR: please give your input!

Dear colleague,

in view of the on-going and planned projects in structural biology, and in particular in structural genomics/proteomics within Europe, the EC found it timely to assess present and future needs of research infrastructures in this area from a user perspective. It was further decided that this assessment should be carried out within the context of a SSA (Specific Support Action) that will address the requirements for large-scale infrastructure (NMR infrastructures, synchrotrons, EM infrastructures, protein production & bioinformatics). An SSA, FESP (Forum for European Structural Proteomics, for details see www.ec-fesp.org <<http://www.ec-fesp.org>>), has been funded by the EC consisting of the team of J Sussman (coordinator), L Banci, U Heinemann, W Baumeister and G. Schneider. The outcome of FESP's activities will aid the EC in setting up future policies with regard to large infrastructures and structural genomics.

One of the activities of FESP is the assessment of the present state of and future needs for European NMR Infrastructures for structural genomics and

for structural biology in general. The findings will be summarized in a FESP document and will also provide part of the necessary background for a white paper on large-scale infrastructures and structural genomics, to be formulated by FESP. As one of the steps of this assessment, we have put together a questionnaire, which is available at the FESP site (www.ec-fesp.org <<http://www.ec-fesp.org>>) and can be completed electronically. It is important that the European BioNMR community is well represented in this survey, because FESP hopefully will have an impact on the decisions made in Brussels with respect to funding of large infrastructures. Competition for such funding is fierce between various research areas that depend on access to large-scale facilities. It is therefore of importance that FESP has the support from the BioNMR community and also represents the general views of this community when formulating a policy paper to the EC. On this occasion we are also planning to set up a forum of scientists using BioNMR Infrastructures and BioNMR spectroscopy in general in their research. Your opinion also on this point is very precious.

Your input is vital for all of us.

Please take the 5 - 10 min to fill in the questionnaire.

With many thanks and my best regards

Lucia Banci

Lucia Banci, Professor
Centro Risonanze Magnetiche
University of Florence
Via Luigi Sacconi 6
50019 Sesto Fiorentino (Florence), Italy
phone +39 055 4574 263, fax +39 055 4574 253

e-mail banci@cerm.unifi.it

<http://www.cerm.unifi.it/banci.html>

and Department of Chemistry
University of Florence
Via della Lastruccia 5
50019 Sesto Fiorentino (Florence), Italy
phone +39 055 4573 315

65. Geburtstag von Prof. Manfred Lehnig

Am 17. September 2007 begeht Prof. Manfred Lehnig seinen 65. Geburtstag. Er kann auf eine langjährige sehr erfolgreiche Forschungstätigkeit auf dem Gebiet der Radikal-Chemie zurückblicken und es ist zu hoffen, daß diese mit dem Übertritt in den "Ruhestand" nicht zum Erliegen kommt.

Manfred Lehnig wuchs in Wiesbaden auf und studierte Physik an der Universität Mainz (bis zum Vordiplom) und danach an der Technischen Hochschule Darmstadt. Zur Promotion wechselte er ans Deutsche Kunststoffinstitut (Darmstadt) zu Hanns Fischer. So stieß er kurz nach der Entdeckung des CIDNP-Effektes zu der damals noch im Aufbau befindlichen Gruppe von Hanns Fischer und leistete wesentliche Beiträge zur Anwendung von CIDNP und zur Weiterentwicklung der Theorie (speziell die Berücksichtigung von Relaxations-Phänomenen). Als Hanns Fischer 1970 an die Universität Zürich wechselte, begleitete Manfred Lehnig ihn dahin und promovierte dort 1972 im Fach physikalische Chemie.



Nach seiner Promotion wechselte er an die Universität Dortmund, wo die von ihm inzwischen erworbenen Kenntnisse auf dem Gebiet der magnetischen Resonanz radikalischer Spezies dringend gebraucht wurden. So führte er in Zusammenarbeit mit einem der damals bekanntesten

organischen Radikal-Chemie-Arbeitskreise (W. P. Neumann in Dortmund) die spektroskopischen Untersuchungen der dort synthetisierten und verwendeten Radikale durch. Seine Untersuchungen, bei denen ein breiter Bereich von Methoden zum Einsatz kam (CIDNP, EPR, ENDOR), waren für das Verständnis der Reaktivität und der chemischen Eigenschaften von Radikalen essentiell (Stichwort: captodative Stabilisierung). 1984 folgte die Habilitation für das Fach organische Chemie an der Universität Dortmund und im Jahr 1997 wurde er folgerichtig zum ausserplanmäßigen Professor ernannt.

Neben den weiterhin bestehenden umfangreichen Kooperationen mit dem Fachbereich Chemie und dem MPI Dortmund wandten sich seine Forschungsinteressen in den letzten zehn Jahren mehr und mehr biologischen Fragestellungen zu, so wird derzeit die Reaktionen von reaktiven Stickstoff-Spezies (Peroxynitrit), die landläufig zu den "freien Radikalen" gerechnet werden, mit Aminosäuren und Proteinen mittels ^{15}N -CIDNP untersucht.

Neben seiner Forschungsarbeit wurde von ihm auch ein großer Kanon unterschiedlichster Vorlesungen angeboten. Viel Achtung hat sich Manfred Lehnig auch durch seine Gremienarbeit bei der Zusammenlegung der Universität Dortmund mit der Pädagogischen Hochschule Ruhr erworben. Nicht unerwähnt bleiben soll schließlich sein aussergewöhnliches Engagement als Mitglied des Dortmunder Universitätsorchesters, welches regelmäßig Konzerte sowohl an der Uni als auch im Dortmunder Konzerthaus gibt und dabei seine Zuhörer verzaubert.

So spektakulär seine Anwendungen der NMR- und ESR-Spektroskopie auf die verschiedenartigsten Problemstellungen sind, so zurückhaltend ist er selbst. Obwohl ich selbst zwei Jahre mit ihm im selben Labor in Dortmund gearbeitet habe, mußte ich feststellen, über seine Person relativ wenig zu wissen. Er vermag es ausserordentlich gut sich in seinen Gesprächspartner hineinzusetzen, ist

sehr interessiert und sehr engagiert, geht Dingen gerne auf den Grund, erzählt aber nie viel von sich selbst. So wäre mir zum Beispiel nie der Gedanke gekommen, daß Manfred Lehnig nicht Chemie studiert hat. Es kann nur eine Folge seiner Zurückhaltung sein, daß seine Forschungsergebnisse nicht für mehr Wirbel gesorgt haben.

Lieber Herr Lehnig: Wir wünschen Ihnen von Herzen alles Gute ! Möge die Zukunft keine allzu radikalen Änderungen bringen !
(cmt)

NMR-Jobs / Gerätebörse

Im Vorgriff auf eine Neugestaltung der Fachgruppen-Webseite wurde bereits das Angebot der NMR-Jobbörse und der Gerätebörse als Blog neu gestaltet. (<http://fgmrjobs.blogspot.com/> bzw. <http://fgmrequip.blogspot.com/>). Beide Informationen sind auch wie bisher über die Einstiegsseite der Fachgruppe erreichbar.

The screenshot shows a blog page with an orange header 'FG-MR Jobs'. Below the header is a 'Blog-Archiv' section with a list of posts. The main content area features a post dated 'Donnerstag, 23. August 2007' with the title 'Postdoc position in Manchester UK'. The text of the post describes a postdoctoral research fellowship available for a researcher to work with Professor Gareth Morris and Dr Mathias Nilsson on the development of techniques in high resolution diffusion-ordered NMR spectroscopy (DOSY). It lists requirements for candidates, including a PhD in a relevant subject and experience in NMR methods. The post also includes contact information for further details.

Um eventuellem Missbrauch vorzubeugen, ist der Blog aber nicht frei benutzbar.

Sie können mir gerne wie bisher Ihren Text per Email zukommen lassen (erhard.haupt@uni-hamburg.de). Ich werde mich bemühen, ihn dann möglichst zeitnah einzustellen. Wer häufig Anzeigen zu machen hat oder seinen Text gerne selbst eingeben möchte, müsste sich ebenfalls elektronisch bei mir melden, um ggf. die Zugangskennung zu erhalten.

Grosses Dankschön gebührt S. Thomas (Potsdam), der diesen Service jahrelang zur Verfügung gestellt und betreut hat.

(etkh)