



Nutzungskonzept NMR-Spektroskopie

Naturwissenschaftliche Fakultäten I und II

Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

Inhaltsverzeichnis

1. Überblick	2
2. Methoden und Messangebot	3
3. Ausstattung und Management	6
3.1. NF1BC – Institut für Biochemie	6
3.2. NF2C – Institut für Chemie	7
3.3. NF2P_bp – Institut für Physik, Fachgruppe Biophysik	9
3.4. NF2P_sm – Institut für Physik, Fachgruppe NMR	11
4. Investitionsplanung	13
5. Unterschriften	14
6. Anhang 1 – Geräteliste	16
7. Anhang 2 – Nutzungsordnung mit Anlagen	18

Präambel

Das vorliegende Nutzungskonzept umfasst alle spezialisierten, meist Hochfeld-NMR-Spektrometer, die an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg (MLU) betrieben werden (siehe Anhang 1). Es wurde von den Leitern der Fach- bzw. Arbeitsgruppen (=Professuren), in deren Bereichen Spektrometer lokalisiert sind, sowie von dem für den Betrieb der Geräte zuständigen wissenschaftlichen Fachpersonal kooperativ erarbeitet. Der Betrieb und der Zugang zu den NMR-Spektrometern der MLU ist in einer Nutzungsordnung geregelt (siehe Anhang 2). Die Betriebs- und Instandhaltungskosten werden zentral bzw. von den Instituten oder den jeweiligen Fachgruppen getragen. Zweck des vorliegenden Konzeptes ist die Abstimmung und langfristige Planung des Messbetriebes und der Neu-/Ersatzbeschaffungen in den Bereichen Routineanalytik und methodisch orientierter Forschung mit dem Ziel, freie Messkapazitäten und methodische Synergien kooperativ zu nutzen.

1. Überblick

Die Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg betreibt an den Naturwissenschaftlichen Fakultäten (NF) I (Biowissenschaften) und II (Chemie, Physik und Mathematik) an insgesamt **3 Standorten** NMR-Spektrometer (siehe **Anhang 1 – Geräteliste** und nmr.uni-halle.de (dzt. im Aufbau), die einerseits den Bedarf an biomolekularer bzw. chemischer Routineanalytik mittels hochauflösender NMR-Spektroskopie in Lösung abdecken bzw. andererseits als zentrale Forschungsgeräte dreier Fachgruppen an den Instituten für Biochemie und für Physik eingesetzt werden.

Am Institut für Biochemie der NF I (**Standort NF1BC**: 2 Hochfeldgeräte 700 und 400 MHz, sowie ein 60 MHz Benchtopgerät) wird in der Abt. Naturstoffbiochemie einerseits methodisch orientierte Grundlagenforschung auf dem Gebiet der Biochemie von Proteinen und Naturstoffen (insbesondere in den Bereichen Protein(re)faltung und -stabilisierung, Enzymdesign, Peptidsynthese und Medium-Engineering) mit Hilfe von *solution-state- und high-resolution Magic-Angle-Spinning (HR-MAS) NMR-Methoden* in Eigenregie betrieben, andererseits werden im Servicebetrieb auch übliche *Routinemethoden zur Strukturaufklärung kleiner organischer und anorganischen Moleküle* angeboten. Am Institut für Chemie der NF II (**Standort NF2C**: 3 Hochfeldgeräte 2x 600 und 400 MHz sowie 2 Benchtopgeräte 80 MHz) stehen im Servicebetrieb die *Strukturaufklärung organischer Moleküle sowie Multikern-NMR anorganischer Verbindungen* im Vordergrund.

Am Institut für Physik mit seiner dezidiert für NMR-Spektroskopie baulich geplanten Messhalle (**Standort NF2P**) betreibt einerseits die Fachgruppe Biophysik (Prof. J. Balbach) 4 Hochfeldgeräte (800, 2x 600, 500 MHz), die für *multidimensionale biomolekulare NMR an Proteinen* eingesetzt werden (**NF2P_bp**). Die untersuchten Proben sind Gegenstand der Forschung in der Fachgruppe und werden zum größten Teil vor Ort biochemisch isotonenmarkiert hergestellt. Andererseits betreibt die Fachgruppe NMR (Prof. K. Saalwächter) 4 weitere Hochfeldgeräte mit wide-bore Magneten (3x 400, 200 MHz) sowie 3 Niederfeld-¹H-Relaxometriegeräte (20 MHz), die für spezielle *Festkörper-NMR-Anwendungen* sowie *Diffusometrie* mit hohen gepulsten Feldgradienten eingesetzt werden und der Erforschung von *Struktur und Dynamik in weicher Materie (Soft Matter, v.a. synthetischen Polymeren)* dienen (**NF2P_sm**). Die in den letztgenannten Fachgruppen betriebenen Geräte werden in Eigenregie der Fachgruppen betrieben und von deren wissenschaftlichen Mitarbeitern (Doktoranden, Postdocs) bedient. Die in den beiden Fachgruppen etablierten Methoden stehen externen Nutzern im Rahmen von Kooperationen zur Verfügung, die auch von den Servicegruppen **NF1BC** und **NF2C** vermittelt werden. Die im NMR-Gebäude untergebrachten Hochfeldgeräte sind an eine zentrale Helium-Rückgewinnung inkl. Verflüssiger angeschlossen; die NMR-Halle ist mit den vorhandenen Geräten maximal belegt.

Eine weitere Konzentration der gegebenen drei Standorte ist weder baulich umsetzbar noch würde es für den Betrieb nennenswerte Vorteile bringen. Die Standorte 1 und 2 zeichnen sich durch fußläufige Erreichbarkeit in den Instituten aus, in denen der Messbedarf in der Forschung oder im Servicebetrieb anfällt. Das jeweils für den Betrieb zuständige Personal ist voll ausgelastet. Ein Erfahrungsaustausch des Betriebspersonals aller Standorte erfolgt auf regelmäßiger halbjährlicher Basis, bzw. in der Praxis auf Zuruf, wenn Messkapazitäten angeboten, nachgefragt oder vermittelt werden. Auch Besuche von Servicetechnikern (v.a. der Fa. Bruker) werden zwischen den Gruppen koordiniert; die Wartung von mehr als einem Gerät pro Besuch kann häufig realisiert werden.

2. Methoden und Messangebot

An den drei Standorten mit ihren insgesamt 4 Kompetenzbereichen (NF1BC, NF2C, NF2P_bp, NF2P_sm) werden eine Vielzahl von Messmethoden gepflegt und stehen auch externen Nutzern im *Servicebetrieb* (NF1BC und NF2C) oder auf *Kooperationsbasis* (NF1BC, NF2P_bp, NF2P_sm) zur Verfügung. Informationen werden über eine **zentrale Webseite** nmr.uni-halle.de (dzt. im Aufbau) bereitgestellt. Der Zugang ist über eine **Nutzungsordnung** geregelt, siehe **Anhang 2**. Im Folgenden werden die üblichsten Standardmethoden aufgelistet, die außerhalb des spezialisierten Forschungsbetriebs auch von allgemeinerem Interesse sind.

NF1BC:

- Feldstärken/Spektrometerfrequenzen 700, 400 und 60 MHz
- eigene Forschung und Forschungskooperationen zur Untersuchung der Kinetik von enzymatischen Reaktionen und von Struktur-Interaktions-Beziehungen zwischen ionischen Flüssigkeiten und komplexen Biomolekülen (Peptiden, kleinen Proteine)
- mehrdimensionale Multiresonanzexperimente an Peptiden und Proteinen zur Strukturbestimmung (^1H - ^{15}N HSQC, ^1H - ^{13}C HSQC, HNCQ, HNCA, HN(CA)CO, HNCACB, TOCSY-HSQC, etc.)
- HR-MAS Rotorsysteme 4 mm (bis 6 kHz) mit ^2H -lock und $^1\text{H}/^{13}\text{C}/^{15}\text{N}$ - oder $^1\text{H}/^{31}\text{P}/^{13}\text{C}$ -Kanälen zur Untersuchung hochviskoser Proben
- Quantitative und zeitaufgelöste NMR-Experimente zur Untersuchung von Reaktionskinetiken
- ^{13}C , ^{15}N Relaxometrie (T_1 , $T_{1\rho}$, T_2 , HetNOE) zur Untersuchung molekularer Dynamik
- **Serviceangebote:** alle gängigen hochauflösenden $^1\text{H}/^{19}\text{F}$ - und X-Kern ($X = ^{13}\text{C}$, ^{15}N , ^{31}P , ^{33}S , ^{67}Zn ...) 1D und 2D-Charakterisierungsmethoden, z.B. DEPT/APT, COSY, NOESY, ROESY, TOCSY, HSQC, HMBC, DOSY, etc. Aufgrund des durch den Mischbetrieb begrenzten Probendurchsatzes konzentriert sich das Serviceangebot auf aufwändigere Messreihen an ausgewählten Proben.

NF2C:

- Feldstärken/Spektrometerfrequenzen 2 x 600, 400, 80 und 60 MHz
- **Serviceangebote:** alle gängigen hochauflösenden ^1H - und X-Kern 1D und 2D-Charakterisierungsmethoden, z.B. DEPT/APT, COSY, NOESY, HSQC/HETCOR sowie 3-Kanal-Experimente HFX/HPX sowie Low-Gamma Experimente....

NF2P_bp:

- Feldstärken/Spektrometerfrequenzen 800, 600 und 500 MHz
- eigene Forschung und Forschungskooperationen zur Untersuchung von Struktur und v.a. Dynamik in Proteinen, Nukleinsäuren und kleinen Molekülen
- mehrdimensionale Multiresonanzexperimente an isotopenmarkierten Proteinen (^{15}N , ^{13}C , ^2H), zeitaufgelöste Protein-NMR, Relaxationsdispersion
- Hochdruck-NMR bis 2500 bar (600 MHz), v.a. zur Biophysik der Proteinfaltung
- Interaktionsstudien für biochemische und biomedizinische Belange

NF2P_sm:

- Feldstärken/Spektrometerfrequenzen (600), 400, 200 und 20 MHz
- eigene Forschung und Forschungsk Kooperationen zur Untersuchung von Struktur und v.a. Dynamik in weicher Materie mit Schwerpunkt synthetische Polymere
- $^1\text{H}/^{19}\text{F}$ - und $^1\text{H-X}$ ($X=^{13}\text{C}$, ^{15}N , ^{31}P , ^2H , ^{29}Si , $^6/7\text{Li}$, ^{11}B , ...) CP oder DP MAS NMR, 1D, 2D HETCOR/WISE, DQ, etc.,
- MAS-Rotorsysteme 4 mm (bis 15 kHz), 3.2 mm (bis 24 kHz), 2.5 mm (bis 35 kHz) und 1.3 mm (bis 70 kHz, v.a. für ^1H -Hochauflösung in Festkörper), 3.2 mm MAS E-free-System (600 MHz) für wässrige/leitfähige Proben
- statische Breitlinienspektroskopie (^1H , ^2H , ^{13}C , ^{31}P , ...) für Dynamikmessungen
- ^1H - ^{13}C Ordnungsparametermessungen (DIPSHIFT/PDLF), v.a. für Membranlipide und Flüssigkristalle
- ^1H und X-Kern Relaxometrie (T_1 , $T_{1\rho}$, T_2), hochaufgelöst (MAS) oder in der Zeitdomäne, zur Charakterisierung molekularer Dynamik, dynamischer Heterogenitäten und Multiphasenstruktur
- statische ^1H Multiquanten-NMR (v.a. low-field/benchtop) zur Untersuchung von Ketendynamik und Vernetzungsstruktur in Polymerschmelzen, Elastomeren und Gelen
- statische und MAS (CODEX) Austausch-NMR für langsame Dynamik
- gepulste Feldgradientendiffusometrie (bis 30 T/m) für langsame Diffusion in weicher Materie bis $D \sim 5 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$
- biomolekulare Festkörper-NMR, v.a. hochaufgelöste ^{15}N - und ^1H -basierte Relaxometrie zur Proteindynamik

Weitere Details und Links zu den jeweiligen Standorten/Gruppen finden sich unter nmr.uni-halle.de (dzt. im Aufbau). Messungen im Servicebetrieb als auch im Rahmen von Forschungsk Kooperationen für bzw. mit Partnern an der MLU werden im Allgemeinen nicht in Rechnung gestellt bzw. für den Servicebereich Chemie MLU-intern verrechnet. Die Betriebs- und Instandhaltungskosten werden zentral und von den Instituten bzw. den jeweiligen Arbeits-/Fachgruppen getragen. Für Messungen für bzw. mit externen Partnern an Universitäten oder Forschungsinstituten können im Einzelfall Kosten in Rechnung gestellt werden. Diese Kosten sind in entsprechenden Kategorien pauschaliert und werden in der Nutzungsordnung (Anhang 2, dort Anlage 2) aufgeführt. Kooperations- und Messanfragen aus dem kommerziellen Sektor (auch: forschende Industrie) werden im Einzelfall im Rahmen der Auftragsforschung über die Drittmittelabteilung der MLU in Rechnung gestellt. Entsprechende Einnahmen fließen in die Instandhaltung.

3. Ausstattung und Management

3.1. NF1BC – Institut für Biochemie

Das NMR-Labor des Institutes für Biochemie ist in der AG Bordusa (Abt. Naturstoffbiochemie) im Charles-Tanford-Proteinzentrum angesiedelt. Dort wird einerseits methodisch orientierte Grundlagenforschung auf dem Gebiet der Biochemie von Proteinen und Naturstoffen betrieben und deckt andererseits einen Teil des *Servicebetriebs für hochauflösende NMR kleiner organischer und anorganischen Moleküle* für die NF I (v.a. Institute für Biochemie und für Pharmazie) sowie für externe Kooperationen (derzeit Fraunhofer-Institut für Zelltherapie und Immunologie) ab.

3.1.1. Vorhandene Ausstattung

Das Labor betreibt 2 Hochfeld-NMR-Spektrometer der Fa. Bruker (Avance III 700 MHz, BJ 2011 und Avance III HD 400 MHz, BJ 2012-2013). Ersteres wird mit einem Bruker Ascend supraleitenden Magneten (BJ 2011) betrieben, während zweiteres mit einem Bruker Ult-rashield supraleitenden Magneten (BJ 2024) ausgestattet ist. Beide Spektrometer sind mit 5-mm-Probenköpfen ausgestattet, die sich für die Durchführung multidimensionaler NMR-Experimente in Lösungen eignen. Zusätzlich können hochviskose Proben mit Hilfe des hochauflösenden Magic-Angle-Spinning (HR-MAS) NMR-Systems gemessen werden. Mit dieser Ausstattung wird die überwiegende Mehrheit von hochaufgelösten $^1\text{H-X}$ ($X = ^{13}\text{C}$, ^{15}N , ^{31}P , ^{33}S , ^{67}Zn , etc.) durchgeführt, die sowohl im Rahmen der Forschung in der Gruppe als auch bei Service-Messungen kleiner organischer und anorganischen Moleküle anfallen.

Die Ausstattung wird durch ein Magritek 60 MHz Benchtop-Gerät (^1H , ^{19}F , ^{13}C) ergänzt, das hauptsächlich für Lehrtätigkeiten (Praktikum "Organische Chemie/Naturstoffchemie" für Biochemiestudenten, Modulverantwortlicher Prof. Dr. Frank Bordusa) und die Routineanalyse kleiner organischer Moleküle eingesetzt wird.

Probenkopfausstattung:

700 MHz

- TXI 700 MHz S3 5 mm mit z-Gradient
- BBI 700 MHz S3 5 mm mit z-Gradient
- PH HRMAS DVT 700 MHz S3 TL HCND mit z-Gradient (4mm, 6 kHz)

400 MHz

- TBI 400 MHz 5 mm Probe mit z-Gradient
- PA BBFO 400 MHz 5 mm mit z-Gradient
- g-HRMAS 400 MHz SB BL4 HCND mit z-Gradient (4mm, 6 kHz)
- g-HRMAS 400 MHz SB BL4 HPCD mit z-Gradient (4mm, 6 kHz)

3.1.2. Messbetrieb und Auslastung

Im Rahmen eines dezentralen Betriebs wird den wissenschaftliche Mitarbeiter der AG Bordusa (auch Bachelor-/Master-Studenten, Doktoranden) unter der Aufsicht des Geräteverantwortlichen des NMR-Labors der direkte Zugang zu den NMR-Instrumenten für Forschungszwecke gewährt. Die Einweisung zu den allgemeinen Regeln im NMR-Labor, einschließlich der Sicherheit, erfolgt durch den Geräteverantwortlichen. Die Messungen für Kooperationen mit internen/externen Nutzern werden individuell geplant und von dem Geräteverantwortlichen des NMR-Labors durchgeführt.

Für die Servicemessungen werden die Proben zusammen mit dem ausgefüllten NMR-Messauftrag vormittags abgegeben. Die Messergebnisse werden in der Regel am selben Tag bereitgestellt und auf den zentralen Server hochgeladen, auf den die jeweiligen Nutzer zugreifen können. Aufgrund des durch den Mischbetrieb begrenzten Probendurchsatzes konzentriert sich das Serviceangebot auf aufwändigere Messreihen an ausgewählten Proben. Das Benchtop-NMR-Gerät wird im Bereich der organischen Chemie im Rahmen des OC-Praktikums sowie für die Dienstleistungsmessungen eingesetzt. Das Gerät wird für die Identitätsprüfung von synthetisierten Substanzen verwendet, die von den Studierenden selbst mittels NMR-Spektroskopie untersucht werden. Darüber hinaus wird das Gerät zur Identitäts und Reinheitsprüfung von kleinen Molekülen im Labor der AG Bordusa eingesetzt.

Die Auslastung des 700 NMR-Spektrometers beträgt bis zu 4000 Stunden pro Jahr (dasselbe galt für das 400 MHz Spektrometer) und ca. 500 Stunden pro Jahr für das Benchtop-Gerät (siehe Anhang – Geräteliste).

3.1.3. Management, personelle Untersetzung und Planungen

Das NMR-Labor ist in der AG Bordusa (Naturstoffbiochemie) angesiedelt und wird von Dr. Marianne Hahn geleitet. Sie hat umfangreiche Forschungserfahrung im Bereich der NMR-Spektroskopie von Festkörpern und Lösungen, sowie mit diversen Hyperpolarisationstechniken wie DNP, CIDNP und SEOP. Sie wird von Dr. Lars Franke (AG Bordusa) bei der routinemäßigen Wartung unterstützt.

3.2. NF2C – Institut für Chemie

Das NMR-Labor des Institutes für Chemie ist aktuell in der AG Csuk (Organische Chemie II) angesiedelt. Es leistet den *Servicebetrieb zur Strukturaufklärung organischer und anorganischer Verbindungen in Lösung* für das Institut für Chemie (NF II) sowie auch das im angrenzenden Gebäude angesiedelte Institut für Pharmazie (NF I).

3.2.1. Vorhandene Ausstattung

Das NMR-Labor betreibt für den Routinebetrieb zwei Konsolen der Fa. Agilent (VNMRS 600 MHz; VNMRS 400 MHz). Die Magnete (Varian 600 MHz, BJ 2013 bzw. Varian 400 MHz BJ 1994) sind stabil und haben einen akzeptablen Cryogenverbrauch. Das 600 MHz-Gerät wird mit einem Autosampler für nur 12 Proben betrieben. Beide Konsolen sind mit 5 mm PFG OneNMR bzw. AutoXDB ^{15}N - ^{31}P (^1H - ^{19}F) NB (54mm) VT Probenköpfen ausgestattet, mit denen

alle üblichen 1D und 2D Standardexperimente zur Strukturaufklärung kleiner organischer Moleküle sowie einer Reihe in der anorganischen Chemie relevanter Isotope (^{15}N , ^{31}P , ^{29}Si , ^{11}B , ^{195}Pt , ...) automatisiert durchgeführt werden können. Zudem konnte 2025 ein neuer 600 MHz Magnet der Firma Jeol angeschafft werden, um dem hohen Probenaufkommen und erweiterten Messanforderungen gerecht zu werden. Dieses Spektrometer wird mit zwei 5mm Drei-Kanal-Probenköpfen (HFX und HPX) sowie einem 10mm Low-Gamma-Probenkopf betrieben.

Desweiteren werden zwei Benchtop-NMR-Geräte (Magritek Spinsolve, 80 MHz ^1H , ^{13}C und ^{19}F ; Bruker Fourier80, 80 MHz, ^1H und ^{31}P) betrieben, wobei ersteres mit einem Autosampler ausgestattet ist. Die Geräte werden fachmännisch betreut durch den Bereich NMR (Dr. Niels Heise und Mitarbeiterinnen), werden aber überwiegend in der Ausbildung eingesetzt. Aufgrund der für relevante Moleküle aus der Forschung (zur Verwendung in Publikationen) zu schlechten Auflösung entlasten diese Geräte die Hochfeldausstattung nicht wesentlich.

3.2.2. Messbetrieb und Auslastung

Im Routinebetrieb ist geregelt, dass für jene Proben, die vormittags bis ca. 10 Uhr abgegeben sind, bis zum frühen Nachmittag zumindest ein ^1H NMR-Spektrum vorliegt; die restlichen Spektren werden zeitnah nachgeliefert. Die Ausgabe der Spektren erfolgt dadurch, dass die Rohdaten auf einem zentralen Server unmittelbar nach Messung bereitgestellt werden. Die Verarbeitung der Daten wird durch die individuellen Benutzerinnen und Benutzer durchgeführt. Die Archivierung der Spektren erfolgt durch den Bereich NMR. Die drei Instrumente sind mit ca. 30.000 Proben und ca. 9000 Stunden pro Jahr voll ausgelastet, wobei ein durchgängiger 24-Stunden-Betrieb nur aufgrund von Ausfallzeiten, bedingt durch die hohe Wartungsanfälligkeit der älteren Geräte, nicht ganz erreicht wird.

Ein Benchtop-NMR-Gerät (Magritek Spinsolve 80 MHz) wird im Bereich der organischen Chemie im Rahmen der Ausbildung von Studierenden in den Hauptfächern Chemie (Bachelor, Master, Lehramt) und Lebensmittelchemie sowie in den Nebenfächern (Biologie, Agrarwissenschaft, Ernährungswissenschaft) eingesetzt. Das Gerät ist mit einem Autosampler ausgestattet, und Synthesepreparate (von den Studierenden selbst hergestellt) werden von ihnen selbst NMR-spektroskopisch untersucht. Darüber hinaus wird das Gerät für Identitäts-Überprüfungen (z.B. von eingegangenen Chemikalien) verwendet. Ein zweites Benchtop NMR-Gerät (Bruker F60) wird im Bereich der Anorganischen Chemie für die Ausbildung von Studierenden im Hauptfach Chemie (Bachelor und Master) im Rahmen von Praktika zur Charakterisierung von synthetisierten Verbindungen sowie im Rahmen von NMR-Spektroskopie-Vorlesungen genutzt. Daneben wird das Spektrometer im Rahmen von kleinen Forschungsprojekten für Reaktionskontrollen, zur Untersuchung von Reaktionsverläufen und zur Charakterisierung von einfachen Verbindungen verwendet. Beide Benchtop-Geräte sind nicht Teil des Servicebetriebs. Ihr Nutzen v.a. in der Ausbildung der Studierenden bzgl. praktischer Aspekte der NMR-Spektroskopie ist aber nicht zu unterschätzen

3.2.3. Management, personelle Untersetzung und Planungen

Das NMR-Labor ist aktuell in der AG Csuk (Organische und Bioorganische Chemie) am Institut für Organische Chemie angesiedelt. Es wird von Dr. Niels Heise eigenverantwortlich geleitet und betrieben. Er wird unterstützt von zwei Laborassistentinnen (Yvonne Schiller und Senta Ludwig).

Wie oben erwähnt sind die beiden älteren Spektrometer, v.a. aber das 400 MHz-Gerät inzwischen sehr wartungsanfällig und muss dementsprechend kurz- bzw. mittelfristig ersetzt werden, v.a. weil die NMR-Sparte der Fa. Agilent nicht mehr existiert und in den nächsten Jahren die Wartungsunterstützung einstellen wird. Zudem ist die Auslastung am oberen Limit der Kapazität; durch Wiederbesetzung länger vakanter Professuren ist die Nachfrage inzwischen höher als das Angebot und Priorisierungen sind bereits notwendig. Die beiden vorhandenen Konsolen müssen mittelfristig soweit möglich weiterbetrieben werden, um die hohe Nachfrage zu bedienen. Deren notwendiger Ersatz hängt von der Verfügbarkeit entsprechender Landesmittel ab.

Das NMR-Labor wurde im Zuge von Renovierungsmaßnahmen innerhalb des Instituts für Chemie am Standort Kurt-Mothes-Str. 2 von Sektor B (Raum 111) in ein neues NMR-Labor im Sektor D umgezogen.

3.3. NF2P_bp – Institut für Physik, Fachgruppe Biophysik

Die Fachgruppe *Biophysik* betreibt methodisch orientierte Grundlagenforschung im Bereich der *NMR-spektroskopischen Untersuchung von Proteinen* mit Schwerpunkten in den Bereichen Strukturaufklärung und Dynamik medizinisch relevanter Biomakromoleküle, Biophysik der Proteinfaltung, intermolekulare Wechselwirkungen und Phasenseparation. Alle Spektrometer der FG sind in deren Forschungsbetrieb eingebunden; das methodische Spektrum steht internen und externen Interessenten unter Berücksichtigung der apparativen Auslastung im Rahmen von wissenschaftlichen Kooperationen zur Verfügung.

3.3.1. Vorhandene Ausstattung

Die Fachgruppe Biophysik betreibt primär 3 Hochfeldgeräte (800 MHz, 2x 600 MHz mit BJ 2006 mit Avance II/III-Konsolen), die alle im Rahmen der Erstausrüstung des neuen NMR-Gebäudes des Institutes für Physik (Betty-Heimann-Str. 7) beschafft wurden. Das 800 MHz-Gerät verfügt über eine fest installierte Tripelresonanz $^{13}\text{C}/^1\text{H}/^{15}\text{N}$ Cryoprobe, die für eine direkte Beobachtung auf dem ^{13}C -Kanal optimiert ist. Die 600 MHz-Geräte verfügen über Mehrfachresonanz-Probenköpfe (v.a. TXI-PK $^1\text{H}, ^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$ Z-Grad. und QXI-PK $^1\text{H}, ^{31}\text{P}, ^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$ Z-Grad.), eine Hochdruckeinheit bis 2500 bar sowie einen Mischkammerprobenkopf für kinetische Beobachtungen. Weiter werden bei 600 MHz 4 mm, 2.5 mm und 1.3 mm MAS-Probenköpfe für biomolekulare Festkörper-NMR sowie polymerphysikalische Messungen der Fachgruppe NMR betrieben (s. Abschnitt 2.4).

Im Jahre 2019 konnte im NMR-Gebäude noch ein Bruker Ascent-Magnet 500 MHz mit einer alten AMX/DRX-Konsole aus dem Bestand der Max-Planck-Forschungsstelle Enzymologie der Proteinfaltung in Halle installiert werden. Das sehr wartungsanfällige Gerät erweitert den Protein-NMR-Betrieb um eine weitere Feldstärke, dient zur Probenoptimierung für 800 MHz Messungen und gleicht ausfallbedingte Fehlzeiten der drei Hochfeldgeräte aus.

3.3.2. Messbetrieb und Auslastung

Die Messzeit für wissenschaftliche Mitarbeiter und Abschlussarbeiten (Bachelor/Master/Promotion) wird in einer wöchentlichen Messzeitverteilung typischerweise in ganzen Tagen vergeben. Meistens laufen zu Beginn der Messzeit aufgesetzte verschiedene Experimente an einer Probe über viele Tage (24h und über das Wochenende). Die Auslastung ist über die Fachgruppe Biophysik und die Untergruppe Proteindynamik (Dr. Ulrich Weininger) sehr hoch und liegt bei 7000 h – 8000 h (siehe Anhang – Geräteliste). Die Messzeit für Kooperationen mit externen Nutzern wird individuell geplant und in Tranchen von ganzen Messtagen vergeben. Derzeit wird am Institut die Nutzung des elektronischen Laborjournals eLabFTW implementiert; die Messzeit an den Geräten wird über dieses System dann elektronisch erfasst werden.

3.3.3. Management, personelle Untersetzung und Planungen

Die Fachgruppe Biophysik wird von Prof. Jochen Balbach geleitet und betreibt ihre NMR-Spektrometer eigenverantwortlich. Für Betrieb und Wartung ist Prof. Detlef Reichert zuständig, der von wissenschaftlichen Mitarbeiter Stefan Gröger unterstützt wird. Die Einweisung und Weiterentwicklung von Pulsprogrammen im Rahmen von Abschlussarbeiten (Bachelor/Master/Promotion) wird zusätzlich durch den international ausgewiesenen und eigene Drittmittel einwerbenden Habilitanden Dr. Ulrich Weininger unterstützt.

Alle 4 Hochfeld Magnete laufen stabil, die in die Jahre kommenden Konsolen werden zunehmend störungsanfälliger, woran ein upgrade 2020/21 nur zum Teil Abhilfe schaffen konnte, weil nicht die gesamte Konsole ausgetauscht wurde. Daraus entstehen häufiger längere Wartezeiten, wenn nicht auf ein anderes Spektrometer ausgewichen werden kann. Zum Teil sind die möglichen Experimente eingeschränkt, wenn Teile der Konsole bis zu ihrer Reparatur ausfallen. Mittelfristig müssen die besonders störungsanfälligen Konsolen ersetzt werden.

3.4. NF2P_sm – Institut für Physik, Fachgruppe NMR

Die Fachgruppe NMR betreibt methodisch orientierte Grundlagenforschung im Bereich der Struktur und Dynamik in weicher Materie (*Soft Matter*, v.a in synthetischen Polymeren), für die ein breites Portfolio von *Festkörper-NMR-Methoden und gepulste Feldgradientendiffusometrie* gepflegt wird und internen wie externen Interessenten unter Berücksichtigung der apparativen Auslastung im Rahmen von wissenschaftlichen Kooperationen zur Verfügung steht.

3.4.1. Vorhandene Ausstattung

Der Kern der Ausstattung besteht aus drei 400 MHz-Geräten (1 Avance NEO, 1 Avance III, 1 Avance II/III):

- Bruker Avance NEO (2024), 3 Kanäle, gepulste Feldgradienteneinheit (Probekopf Diff60 für Diffusometrie bis 30 T/m und und Micro5 für Bildgebung; ^1H , X-inserts: ^2H , ^{13}C , ^{15}N , ^7Li , ^{19}F)
- Bruker Avance II (2006), upgrade auf Avance III (2014), 3 Kanäle, gepulste Feldgradienteneinheit
- Bruker Avance III (2014), 2 Kanäle, schrittweise aus verschiedenen Geldquellen umgerüstetes altes TecMag-Spektrometer. Die „neue“ Konsole war ein Bruker-Demonstrationsgerät, welches zunächst AMT- bzw. TecMag-Endstufen des Vorgängers ansteuerte, bevor auch diese aus Restmitteln gegen Bruker-Endstufen getauscht wurden.

Für alle drei Konsolen stehen statische und MAS-Probenköpfe der Fa. Bruker zur Verfügung:

- 4 mm MAS DVT BB HXY
- 4 mm MAS WVT BB HX
- 3.2 mm MAS DVT BB HX
- 5 mm statisch VTN BB HX mit Goniometeroption

Mit dieser Ausstattung wird die überwiegende Mehrheit von hochaufgelösten ^1H -X MAS sowie statischer Breitlinien-Messungen (^1H , ^2H , ^{13}C , ^{31}P , $6/7\text{Li}$...) durchgeführt, die im Rahmen der Forschung in der Gruppe bzw. den Untergruppen anfallen. Eines der beiden 600 MHz-Geräte der FG Biophysik mit leistungsfähigeren Endstufen steht in begrenztem Umfang auch für Protein-NMR im Festkörper zur Verfügung, wozu folgende narrow-bore MAS-Probenköpfe vorhanden sind:

- 4 mm MAS DVT ^1H , ^{13}C , ^{15}N , 15 kHz
- 2.5 mm MAS VTN ^1H , ^{15}N - ^{31}P , 35 kHz
- 3.2 mm MAS DVT, ^1H , ^2H , $^{13}\text{C}/^{15}\text{N}$, Z-Grad. 24 kHz
- 3.2 mm MAS DVT E-free ^1H , ^{13}C , ^2H , ^{15}N , 24 kHz
- 1.3 mm MAS DTN, ^1H , ^{15}N - ^{31}P , 70 kHz

Ein 200 MHz-Gerät (Bruker Avance III, 1 Kanal) komplementiert unsere drei Niederfeldgeräte (Bruker minispec mq20) für ^1H -Zeitdomänen-NMR, wenn nur kleine Probenmengen vorhanden sind.

Alle vier supraleitenden NMR-Spektrometer der FG NMR sind mit älteren *wide-bore* Magneten ausgestattet, die bisher tadellos funktionieren und einen vergleichsweise niedrigen

IHe-Verbrauch aufweisen: Oxford (400 MHz: 1992, 200 MHz: 1998), JasTec (2004) und Bruker (ca. 1998, Aufstellung 2011; Geschenk der Fa. Bruker). Weiterhin steht für den Fall einer Havarie ein eingelagerter Ersatzmagnet (Bruker 400 MHz) aus dem Nachlass der Gruppe von Tony Watts (Univ. Oxford) zur Verfügung.

3.4.2. Messbetrieb und Auslastung

Messzeit an den Geräten der Gruppe wird an die wissenschaftlichen Mitarbeiter und Studierenden (Bachelor-/Masteranden, Doktoranden und Postdocs) im Rahmen einer wöchentlichen Messzeitverteilung in Tranchen von ganzen Tagen bzw. Vielfachen davon vergeben. Festkörper-NMR-Messungen sind in der Regel individuell und aufwendig, weil immer der jeweils notwendige Probenkopf eingebaut und abgestimmt wird, und die Messungen an einzelnen, manuell zu wechselnden Proben zumeist viele Stunden oder Tage in Anspruch nehmen. Je nach Probe und Fragestellung werden die Spektrometer v.a. über Tag in Anwesenheit betrieben oder laufen mit mehrdimensionalen Experimenten über Nacht oder über mehrere Tage.

Die Auslastung der Geräte ist mit der Fachgruppe NMR von Prof. Kay Saalwächter und den Untergruppen (Dynamische Festkörper-NMR der Polymere – Prof. Detlef Reichert¹; Festkörper-NMR der Proteine – Dr. Alexey Krushelnitsky; Lipid-NMR – Dr. Tiago Ferreira) sehr hoch. Die beiden älteren 400 MHz-Spektrometer werden an 5-7 Tagen pro Woche inkl. vieler Nächte (ca. 5000 h/a) betrieben, während das neuere 400 MHz-Gerät aufgrund instabiler älterer Endstufen nur mit kürzeren Messungen über Tag verwendet wird und das 200 MHz-Gerät mit Fokus auf schnell laufende statische ¹H-Messungen nur über Tag zu regulären Arbeitszeiten betrieben wird (beide daher ca. 3000 h/a). Dasselbe gilt für die drei Bruker minispec mq20 Niederfeldgeräte. Derzeit wird am Institut die Nutzung des elektronischen Laborjournals eLabFTW implementiert; die Messzeit an den Geräten wird über dieses System dann elektronisch erfasst werden.

3.4.3. Management, personelle Untersetzung und Planungen

Die Fachgruppe NMR, geleitet von Prof. Kay Saalwächter, betreibt alle ihr zugeordneten Geräte eigenverantwortlich. Zuständig für den Betrieb und die Wartung der Spektrometer ist Dr. Alexey Krushelnitsky, unterstützt von Ing. Pierre Seiboth. Dr. Krushelnitsky leitet eine eigene Untergruppe und wirbt eigene Drittmittel ein; er hat umfangreiche Forschungserfahrung im Bereich der Protein-NMR im Festkörper und ist wissenschaftlich international ausgewiesen und übernimmt, oft in Zusammenarbeit mit verschiedenen Doktoranden, das Einweisen und Anlernen neuer Mitarbeiter.

Wie oben erwähnt sind alle drei 400 MHz Festkörper-NMR-Spektrometer mit dem aktuellen Forschungsportfolio der Fachgruppe NMR und ihrer Untergruppen sehr stark ausgelastet. Längerfristige Ausfälle auch nur von einem der Geräte, wie sie aufgrund des Alters der Ausstattung in den letzten beiden Jahren eher die Regel als die Ausnahme waren, führten und führen zu erheblichen Verzögerungen und zu starken Behinderungen im Ablauf von

¹ apl.Prof. Reichert ist Funktionswissenschaftler in der Fachgruppe Biophysik von Prof. Balbach und dort für den Gerätebetrieb zuständig. Er wird vom wissenschaftlichen Mitarbeiter Stefan Gröger unterstützt. Mit seinem Forschungsprofil im Bereich der Festkörper-NMR ordnet er sich auch apparativ und thematisch in der Fachgruppe NMR von Prof. Saalwächter ein.

Projekten und Abschlussarbeiten, die zum Teil nur durch unbefriedigende Kompromisse im Arbeitsplan aufgefangen werden konnten. Im zeitlichen Schnitt standen uns im letzten Jahr immer nur weniger als zwei der drei 400 MHz-Spektrometer zur Verfügung, was v.a. langen Wartezeiten für Ersatzteilbeschaffung und Reparaturen geschuldet war. Daher ist aktuell ein Grossgeräteantrag (INST 271/446-1) bei der DFG eingereicht, im Rahmen dessen die stör anfälligste 400 MHz-Konsole mit der Feldgradientenansteuerung ersetzt werden soll. Wir hoffen, dass die zu ersetzende Konsole als „Ersatzteillager“ kurzfristig weitere Härtefälle abfedern kann. Ein Ersatz der übrigen Konsolen ist aber mittelfristig unbedingt notwendig und hängt von der Verfügbarkeit entsprechender Landesmittel ab. Für die neueste 400 MHz-Konsole wird 2023 eine neue Bruker-Endstufe installiert, womit das Spektrometer stabiler laufen und auch wieder für Langzeitmessungen geeignet sein wird.

4. Investitionsplanung

In diesem Abschnitt werden Neu- und Ersatzbeschaffungen im Überblick dargestellt, welche entweder priorisiert oder schon fest geplant sind. Grundlage hierfür ist neben dem Alter und Zustand der Instrumente v.a. der herstellereitige Support, welcher in vielen Fällen in naher Zukunft ausläuft oder teilweise bereits ausgelaufen ist. Hiervon sind insbesondere die zahlreichen Avance II- und v.a. Avance III-Konsolen der Fa. Bruker betroffen. Für Avance II ist der „End of Service“, bis zu dem eine Reparatur garantiert wurde, bereits erreicht; für Avance III läuft die Servicegarantie 2024 aus. Reparaturen durch die Fa. Bruker sind danach nur noch auf Kulanz und bei vorhandenen/lieferbaren Ersatzteilen möglich. Andernfalls muss (und musste schon) auf gebrauchte Ersatzteile mit fraglicher Verfügbarkeit oder externe Dienstleister ausgewichen werden. Dies ist keine Grundlage für einen nachhaltigen Betrieb, von dem die erfolgreiche Bearbeitung von Abschlussarbeiten und Promotionen sowie das Erreichen von Forschungszielen im Drittmittelbereich abhängt.

NB1BC

- Die **zwei Bruker Avance III-Spektrometerkonsolen** sind gut 10 Jahre alt verlieren ab 2024 die Servicegarantie. Sie müssen somit mittelfristig ersetzt werden, um den Normalbetrieb in der Forschung wie auch den Servicebetrieb sicherzustellen.
Mögliche Finanzierungsmodi werden geprüft.

NF2C

- Die beiden Agilent-Konsolen **600 und 400 MHz** sowie die Probenköpfe müssen ersetzt werden, um der Nachfrage aus den Arbeitsgruppen im Servicebetrieb auch mittelfristig gerecht zu werden.
Mögliche Finanzierungsmodi werden geprüft.

NF2P_bp

- Alle **4 Bruker Avance II/III- und AMX/DRX-Spektrometerkonsolen** (800, 2x 600 und 500 MHz) sind älter als 15 Jahre und müssen mittelfristig ersetzt werden, um den Normalbetrieb in der Forschung der FG Biophysik sicherzustellen.
Mögliche Finanzierungsmodi werden geprüft.

NF2P_sm

- Die verbleibenden **3 Bruker Avance II/III-Spektrometerkonsolen** (3x 400 und 200 MHz) sind älter als 15 Jahre und müssen aufgrund erheblicher Ausfallzeiten dringend kurz- bzw. mittelfristig ersetzt werden.
Alternativen oder Übergangslösungen sind vor Ort nicht möglich, da die Konsolen Festkörper-NMR-Probenköpfe für wide-bore Magnete ansteuern, die nur am Standort NF2P_sm vorhanden sind.
- Mögliche Finanzierungsmodi werden geprüft.

5. Unterschriften

Das Nutzungskonzept NMR-Spektroskopie wird von den beteiligten Fakultäten, den Leitern der jeweiligen Arbeits-/Fachgruppen sowie den Geräteverantwortlichen getragen und gepflegt. Es wird regelmäßig aktualisiert und bleibt jeweils bis zur nächsten Novellierung gültig.

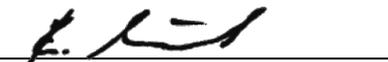
Halle, den 21. Januar 2025



Prof. Dr. Frank Bördusa
(Leiter NF1BC)



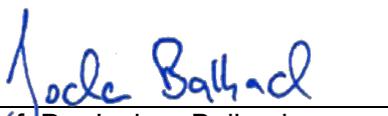
Dr. Pavlo Bielytskyi
(Geräteverantwortlicher NF1BC)



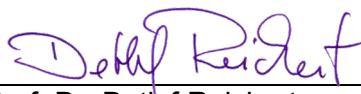
Prof. Dr. René Csuk
(Leiter NF2C)



Dr. Niels Heise
(Geräteverantwortlicher NF2C)



Prof. Dr. Jochen Balbach
(Leiter NF2P_bp)



Prof. Dr. Dettlef Reichert
(Geräteverantwortlicher NF2P_bp)



Prof. Dr. Kay Saalwächter
(Leiter NF2P_sm)



Dr. Alexey Krushelnitsky
(Geräteverantwortlicher F2P_sm)

Prof. Dr. Markus Pietzsch
(Dekan NF1)

Prof. Dr. Georg Schmidt
(Dekan NF2)

6. Anhang 1 – Geräteliste

Bezeichnung, Hersteller und Typ der Konsole	Finanzierungsart (ggf. DFG-Geschäftszeichen)	Inbetriebnahme (Jahr)	Außerbetriebnahme (Jahr)	Nutzungsdauer (h/Jahr)	Standort, geräteverantwortliche Person, Einsatzart
Bruker Avance III 700 MHz (narrow bore)	BMBF ProNet-T3	2011	-	~4000	Institut für Biochemie, Dr. Marianne Hahn, Forschungsgerät der Abt. Naturstoffbiochemie, Servicebetrieb
Bruker Avance III HD 400 MHz (narrow bore)	DFG, BMBF ProNet-T3 (console)	2024 (upgrade 2012/13)		~4000	Institut für Biochemie, Dr. Marianne Hahn, Forschungsgerät der Abt. Naturstoffbiochemie, Servicebetrieb
Magritek Spinsolve 60 MHz (benchtop)	MLU	2020	-	~500	Institut für Biochemie, Dr. Marianne Hahn Lehre, Servicebetrieb
JEOL 600 MHz	DFG Berufungsmittel	2025		~6000	Institut für Chemie, Dr. Niels Heise, Servicebetrieb
Agilent VNMRS 600 MHz (narrow bore)	Haushalt	2024 (Umzug)		~6000	Institut für Chemie, Dr. Niels Heise, Servicebetrieb
Agilent VNMRS 400 MHz (narrow bore)	Land ST	2011	~2027	~6000	Institut für Chemie, Dr. Niels Heise, Servicebetrieb
Magritek Spinsolve 80 MHz (benchtop)	Haushalt	2019	-	~6000	Institut für Chemie, Dr. Niels Heise, Praktikumsgerät
Bruker Fourier80 80 MHz (benchtop)	Haushalt	2021	-	~6000	Institut für Chemie, Dr. Niels Heise, Praktikumsgerät
Bruker Avance III 800 MHz (narrow bore, Cryoprobe)	Land ST	2007, upgrade 2012	-	~8000	Institut für Physik, Prof. Dr. Detlef Reichert, Forschungsgerät der FG Biophysik
Bruker Avance II 600 MHz (narrow bore)	Land ST	2007, upgrade 2020	-	~7000	Institut für Physik, Prof. Dr. Detlef Reichert, Forschungsgerät der FG Biophysik

Bruker Avance II 600 MHz (narrow bore)	Land ST	2007	-	~5000 + ~2000	Institut für Physik, Prof. Dr. Detlef Reichert, Forschungsgerät der FG Biophysik, anteilig Mess- zeit für feste Proben mit MAS-Probenköpfen
Bruker AMX/DRX 500 MHz (narrow bore)	BMBF (ZIK HALO- mem)	2019/ 1993	-	~7000	Institut für Physik, Prof. Dr. Detlef Reichert, Forschungsgerät der FG Biophysik
Bruker Avance III Festkörper-NMR 400 MHz (wide bore, 2 Kanäle, alte Tec-Mag/AMT Verst.)	Land ST /DFG	2014	-	~3000	Institut für Physik, Dr. Alexey Krushelnitsky, Forschungsgerät der FG NMR
Bruker Avance III Festkörper-NMR 400 MHz (wide bore, 2 Kanäle)	Land ST/ HBFG	2008	-	~5000	Institut für Physik, Dr. Alexey Krushelnitsky, Forschungsgerät der FG NMR
Bruker Avance II/III Festkörper-NMR 400 MHz (wide bore, 3 Kanäle, PFG unit)	Land ST/ HBFG/ DFG	2006, upgrade 2014	2023	~5000	Institut für Physik, Dr. Alexey Krushelnitsky, Forschungsgerät der FG NMR
Bruker Avance III Festkörper-NMR 200 MHz (wide bore, 1 channel)	DFG (TRR 102)	2011	-	~3000	Institut für Physik, Dr. Alexey Krushelnitsky, Forschungsgerät der FG NMR
3 Bruker Minispec mq 20 (benchtop)	Land S.- A.	2006 - 2008	-	3x ~3000	Institut für Physik, Dr. Alexey Krushelnitsky, Forschungsgeräte der FG NMR

7. Anhang 2 – Nutzungsordnung mit Anlagen

(separate Datei)