

Dansk Resumé

Denne afhandling beskriver udviklingen af hardware til optagelse af enkeltkrystal NMR (kernemagnetisk resonans) spektre, software til analyse af sådanne spektre samt anvendelse af enkeltkrystal NMR i studier af de såkaldte kvadrupolkerner (kerner med spin $I > 1/2$). Instrumenteringen består af to enkeltkrystal NMR prober med forskelligt design, et interface mellem spektrometercomputeren og enkeltkrystal NMR proberne samt en software pakke ASICS (Analysis of Single-Crystal Spectra). Anvendelserne dækker studier af den kombinerede effekt af kvadrupolkobling og kemisk skjærmnings anisotropi (chemical shielding anisotropy, CSA) vekselvirkningerne og krystalstruktur studier.

Der er udviklet to enkeltkrystal NMR prober, med hhv. tre-akse og to-akse goniometer, begge med nyt goniometer design. Tre-akse goniometer proben er baseret på et traditionelt design, hvor krystallen monteres i goniometeret med tre orthogonale retninger. Dette design giver en forbedret nøjagtighed af den stepvise rotation af krystallen samt lettere montering af krystallen i goniometeret. To-akse goniometer proben er udviklet specielt med henblik på at forbedre følsomheden af NMR signalet fra små krystaller. Dette er opnået ved at flytte goniometeret udenfor radio-frekvens spolen. Den øgede følsomhed er demonstreret med ^{31}P og ^{87}Rb enkeltkrystal NMR spektre af meget små krystaller ($< 0.1 \text{ mm}^3$) af henholdsvis $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ og $\text{RbZn}_2(\text{HPO}_4)\text{PO}_4$.

Software pakken, ASICS, til analyse af enkeltkrystal NMR spektre kan anvendes til forskellige enkeltkrystal NMR probe geometrier og omfatter således begge de ovennævnte prober. Programmet anvender en grafisk brugerflade til at lette alle trin i analysen af spektrene. Analysen leder til bestemmelse af kvadrupolkoblings-,

CSA- og dipol-vekselvirkningsparametre, enten én af vekselvirkningerne eller deres kombinerede effekt.

Enkeltkrystal NMR instrumenteringen er anvendt i studier af kvadrupolker-
ner i uorganiske salte, specielt for bestemmelse af parametrene, som beskriver den
kombinerede effekt af kvadrupolkoblings- og CSA-vekselvirkningen. For at kunne
evaluere kvaliteten og troværdigheden af enkeltkrystal og pulver NMR metoder (ro-
tation om "den magiske vinkel" (magic-angle spinning, MAS) multi-kvante MAS
(MQ-MAS) og statisk) til bestemmelse af disse parametre, har vi studeret en række
rubidium salte (RbClO_4 , RbVO_3 , Rb_2SO_4 , Rb_2CrO_4 og RbNO_3) med de forskellige
 ^{87}Rb faststof NMR metoder. Sammenlignende kan konkluderes, at enkeltkrystal
NMR metoden er meget velegnet til bestemmelse af parametrene, som beskriver
den kombinerede effekt af kvadrupolkobling og CSA. Ydermere har ^{27}Al og ^{71}Ga
enkeltkrystal NMR studier af $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ og $\text{Y}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ ført til de første overbevisende
bestemmelser af CSA værdier for ^{27}Al og ^{71}Ga .

I modsætning til pulvermetoderne giver enkeltkrystal NMR mulighed for bestem-
melse af vekselvirkningstensorernes orientering med hensyn til det molekylfaste
koordinatsystem/krystalsystemet. I en ^{27}Al enkeltkrystal NMR undersøgelse af
 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ har denne bestemmelse gjort det muligt at uddrage en betydelig mængde
information om granatstrukturen. Ligeledes har det fra ^{71}Ga og ^{69}Ga enkeltkrys-
tal NMR undersøgelser af en $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ tvillingekrystal været muligt at bestemme
krystallens tvillingelov.