

## INHALTSVERZEICHNIS

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG .....</b>	<b>1</b>
	Konzept und Aufgabenstellung .....	4
<b>2</b>	<b>CELLULOSE .....</b>	<b>7</b>
2.1	Struktur und Eigenschaften .....	7
2.1.1	Allgemeine Betrachtungen zur Bedeutung von Cellulose .....	7
2.1.2	Die molekulare und übermolekulare Struktur von Cellulose .....	8
2.1.2.1	Cellulosemodifikationen und Kristallstrukturen .....	10
2.1.2.2	Morphologie der Cellulose .....	15
2.2	Mikrobieller Aufbau von Cellulose .....	16
2.2.1	Klassifizierung des Bakteriums <i>A. xylinum</i> .....	16
2.2.2	Charakterisierung verwendeter <i>A. xylinum</i> Stämme .....	17
2.2.3	Mechanismus der mikrobiellen Cellulosebildung durch <i>A. xylinum</i> .....	18
<b>3</b>	<b>FESTKÖRPER-NMR-SPEKTROSKOPIE .....</b>	<b>21</b>
3.1	Theoretische Grundlagen .....	21
3.1.1	Spinwechselwirkungen.....	21
3.1.1.1	ZEEMANN-Wechselwirkung .....	22
3.1.1.2	Magnetische Abschirmung .....	22
3.1.1.3	Direkte Dipol-Dipol-Wechselwirkung .....	24
3.1.1.4	Indirekte Dipol-Dipol-Wechselwirkung .....	25
3.1.1.5	Quadrupolwechselwirkung .....	25
3.1.2	Relaxation .....	25
3.1.3	Standardmethoden der Festkörper-NMR-Spektroskopie .....	26
3.1.3.1	Rotation um den magischen Winkel (MAS).....	26
3.1.3.2	Heteronukleare dipolare Entkopplung (DD, TPPM).....	27
3.1.3.3	Kreuzpolarisation (CP) .....	27
3.2	Angewandte Techniken .....	29
3.2.1	1D NMR zur Bestimmung chemischer Verschiebungen .....	29
3.2.2	2D-NMR zur Bestimmung chemischer Verschiebungen.....	29
3.2.2.1	Totale Korrelationspektroskopie (TOCSY) .....	30
3.2.2.2	Heteronukleare Multi-/ bzw. Singlequantenkohärenz (HMQC/HSQC) .....	30
3.2.2.3	Heteronukleare Korrelation (HETCOR).....	30
3.2.2.4	Refokussierter Doppelquantentransfer (refokussiertes INADEQUATE).....	31
3.2.3	2D-NMR zur Bestimmung der chemischen Anisotropie .....	31
3.2.3.1	Separation von Rotationsseitenbanden (PASS) .....	32

3.2.3.2	ISO/ANISO-Experiment (PHORMAT) .....	32
3.2.3.3	ANISO/ISO-Experiment (SUPER) .....	33
3.2.3.4	Rekopplung der Anisotropie-Information (RAI) .....	33
<b>4</b>	<b>MIKROBIELLE CELLULOSEPRODUKTION DURCH <i>A. XYLINUM</i>.....</b>	<b>39</b>
4.1	Bestandteile und Kultivierung des Standard-Nährmediums .....	39
4.1.1	Subspezies-bedingte Eigenheiten mikrobieller Cellulosebildung .....	39
4.1.2	Verifizierung struktureller Merkmale am Beispiel AX 5 #1 .....	41
4.2	Unterschiede in Reinigung, Sterilisation und Trocknung von BC-Vliesen .....	44
4.2.1	Zuordnung der <sup>1</sup> H-chemischen Verschiebungen durch HRMAS NMR .....	47
4.2.2	Untersuchung der BC-Ordnungszustände mittels CP/MAS <sup>13</sup> C{ <sup>1</sup> H}-NMR .....	50
4.3	Bestimmung der <sup>13</sup> C-CSA Strukturparameter getrockneter BC-Vliese .....	53
4.3.1	Separation von Rotationsseitenbanden (PASS) .....	53
4.3.2	ISO/ANISO-Experiment (PHORMAT) .....	55
4.3.3	ANISO/ISO-Experiment (SUPER) .....	56
4.3.4	Rekopplung der Anisotropie-Information (RAI) .....	57
<b>5</b>	<b>VARIATIONEN DES WÄSSRIGEN NÄHRMEDIUMS .....</b>	<b>61</b>
5.1	Alternative Kohlenstoffquellen.....	61
5.1.1	Kommerzielles Beispiel: Biosynthese von NATA DE COCO aus Kokosnuss-Wasser	61
5.1.2	Auswahl alternativer C-Quellen des SH-Mediums (AX 5 #2) .....	61
5.2	Wasserlösliche Polymere als Additive zum SH-Medium (AX 5 #2).....	64
5.3	Ausdünnung des <sup>1</sup> H-Systems durch <sup>2</sup> D-markierte D-Glucose (GAX).....	68
5.3.1	Gated-Decoupling-Experiment .....	69
5.3.2	Heteronukleare Korrelation.....	73
5.4	Isotopenanreicherung durch selektiv <sup>13</sup> C-markierte D-Glucosen (GAX) .....	74
<b>6</b>	<b>EINFLUSS VON D-GLUCOSE-U-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> AUF BAKTERIUM UND BC-STRUKTUR .....</b>	<b>79</b>
6.1	Die Mobilität von <i>A. xylinum</i> Bakterien (NQ 5, AY 201) .....	79
6.1.1	Untersuchungen zur Zellteilung.....	80
6.1.1.1	Grundlagen der spektrophotometrischen Messungen an Schüttelkulturen .....	80
6.1.1.2	Bestimmung der mittleren Zellteilungsrate .....	81
6.1.2	Untersuchungen zur Produktion von Mikrofibrillen auf einem Substrat.....	81
6.1.2.1	Observierung der Bakterien und Cellulosefasern mit dem Lichtmikroskop .....	81
6.1.2.2	NIR FT Ramanspektroskopie an Cellulosefasern .....	85
6.1.2.3	CP/MAS <sup>13</sup> C{ <sup>1</sup> H}-NMR an Cellulosefasern.....	86
6.2	Die Struktur von Cellulosevliesen (NQ 5, AY 201) .....	87
6.2.1	Untersuchungen zur Biosynthese und Bildung von BC-Vliesen.....	88
6.2.2	Rastersondenmikroskopie zur Bestimmung von Faserbreiten .....	92

6.2.3	Röntgendiffraktometrie an Cellulosevliesen .....	94
6.2.4	NIR FT Ramanspektroskopie an Cellulosevliesen .....	97
6.2.5	CP/MAS $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR an Cellulosevliesen.....	99
6.2.5.1	Besonderheiten bezüglich der BC-Ordnungszustände.....	99
6.2.5.2	Bestimmung der $^{13}\text{C}$ -CSA Strukturparameter mittels RAI .....	102
6.2.5.3	Verbesserte Zuordnung der $^{13}\text{C}$ -chemischen Verschiebungen von Cellulose $\text{I}\alpha$ mittels refokussiertem INADEQUATE.....	104
6.2.5.4	Bestimmung der $^{13}\text{C}$ -CSA Strukturparameter mittels RAI nach Zuordnung der $^{13}\text{C}$ -chemischen Verschiebungen von Cellulose $\text{I}\alpha$ .....	105
<b>7</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>107</b>
<b>8</b>	<b>EXPERIMENTELLER TEIL .....</b>	<b>113</b>
8.1	Geräte.....	113
8.2	Details zur Herstellung der Bakterien- und regenerierten Cellulosen .....	115
8.2.1	AX 5 (DSM 14666) .....	115
8.2.2	GAX (DSM 13368).....	120
8.2.3	NQ 5 (ATCC 53582) und AY 201 (ATCC 23769) .....	124
8.2.4	Regenerierte Cellulose II aus Baumwoll-Linters .....	127
8.3	Details zur Herstellung nematisch geordneter Substrate .....	128
<b>9</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>129</b>
	<b>DANKSAGUNG.....</b>	<b>138</b>
	<b>ANHANG .....</b>	<b>140</b>
	NOMENKLATUR.....	I
	ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....	IV
	TABELLENVERZEICHNIS .....	VI
	ERGÄNZENDE ABBILDUNGEN UND TABELLEN .....	VIII
	LEBENS LAUF .....	XVIII
	PUBLIKATIONEN.....	XIX
	SELBSTSTÄNDIGKEITSERKLÄRUNG.....	XXIV
	THESEN ZUR DISSERTATION.....	XXV