

Benchtop-NMR-Spektroskopie für die Prozessüberwachung

Dr. Kerstin Münnemann

Rheinland-Pfälzische Technische Universität Kaiserslautern-Landau (RPTU)

Laboratory for Advanced Spin Engineering (LASE)

Die Benchtop-NMR-Spektroskopie wird zunehmend für das Monitoring von Reaktionen und Prozessen eingesetzt, da sie sich durch ihre kompakte Bauweise, geringe Kosten und eine benutzerfreundliche Bedienung auszeichnet. Diese Vorteile machen die Methode besonders attraktiv für Analysen außerhalb spezialisierter NMR-Labore. Ein repräsentatives Beispiel ist die Überwachung von Fermentationsprozessen in der Weinproduktion, bei der Benchtop-NMR eine schnelle und direkte Quantifizierung wichtiger Verbindungen wie Zucker, Säuren und Fäulnisindikatoren ermöglicht [1], wie im ersten Teil des Vortrags gezeigt wird.

In anderen Anwendungen kann jedoch die Beobachtung schnellerer Reaktionen oder die Detektion von Heterokernen erforderlich sein. In komplexen Mischungen leiden ^1H -NMR-Spektren häufig unter einer starken Signalüberlagerung, was die spektrale Analyse erschwert. Die Detektion von Heterokernen wie ^{13}C bietet eine größere chemische Verschiebungs-dispersion und damit eine verbesserte spektrale Auflösung. Leider ist die Anwendung von Benchtop- ^{13}C -NMR unter kontinuierlichen Flussbedingungen aufgrund der geringen Sensitivität und einem unzureichenden Polarisationsaufbau bei hohen Flussgeschwindigkeiten kaum möglich. Paramagnetische Relaxationsverstärkung (Paramagnetic Relaxation Enhancement, PRE) bietet eine Strategie, diese Einschränkung zu überwinden, indem sie die Relaxation beschleunigt und dadurch auch bei schnell fließenden Proben eine ausreichende Polarisation zur Quantifizierung der Komponenten ermöglicht, wie im zweiten Teil des Vortrags vorgestellt wird.

Falls die Sensitivität trotzdem ein limitierender Faktor ist, können Hyperpolarisationsmethoden eine zusätzliche Steigerung der Signalintensität ermöglichen. Overhauser dynamische Kernspin-polarisation (ODNP) eignet sich besonders gut für Online-NMR-Spektroskopie unter kontinuierlichen Flussbedingungen, da der Polarisationsaufbau auf sehr kurzen Zeitskalen erfolgt. Dadurch lassen sich Signalverstärkungen selbst bei hohen Flussraten erzielen [2]. Die Effizienz von ODNP hängt jedoch stark von Parametern wie der Probenzusammensetzung, der Temperatur und dem beobachteten Kern ab, was quantitative Analysen erschwert. Eine zuverlässige Quantifizierung kann durch geeignete Kalibrierstrategien erreicht werden [3], wodurch der Einsatz von ODNP-verstärkter NMR für das Reaktions- und Prozessmonitoring ermöglicht wird, wie im letzten Teil des Vortrags gezeigt wird.

Literaturverzeichnis:

[1] J. Phuong, et. al., Food Research International 203 (2025) 115741.

[2] J. Phuong, et. al., Anal. Chem. 97 (2025) 4308-4317.

[3] J. Phuong, et. al., ChemPhysChem 26 (2025) e2401052.