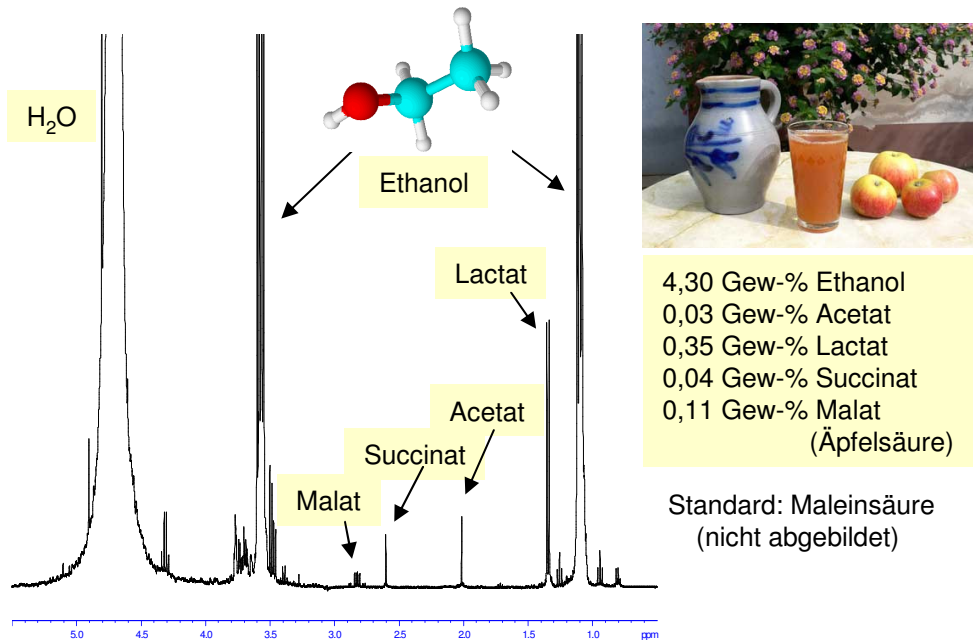


Beispiel für eine Quantifizierung mittels *q*NMR: Gehaltsbestimmung in einem Gemisch (Apfelwein)



*q*NMR: Gewichtsprozent statt Flächenprozent mit quantitativer NMR-Spektroskopie

Seit einigen Jahren wird die NMR-Spektroskopie nicht nur zur Struktur-
aufklärung, sondern verstärkt zur Quantifizierung und Gehaltsbestimmung
eingesetzt.

Dabei können Haupt- und Nebenkomponenten auch in frühen Entwick-
lungsphasen oder Pilotansätzen quantifiziert werden. Das Besondere dabei ist: Es
wird kein entsprechender substanzspezifischer Standard benötigt, der zu Beginn
oft nicht verfügbar ist.

Ein einfaches Prinzip und eine schnelle und kostengünstige Methode

Im NMR-Spektrum sind die Signalintensitäten und das molare Verhältnis auch
unterschiedlicher Verbindungen direkt miteinander vergleichbar. Response-
faktoren müssen nicht ermittelt werden. Dadurch kann direkt ein ganz anderer
Referenzstandard als die Substanz selbst zur Quantifizierung verwendet
werden. Die Probe und ein geeigneter Standard werden gemeinsam
eingewogen, im NMR-Röhrchen gelöst und aus den Signalintensitäten die
Konzentration der gesuchten Verbindung ermittelt. Die Probenvorbereitung ist
einfach und die Messzeiten sind kurz. Das macht die *q*NMR zu einer **schnellen
und kostengünstigen** Methode.

Wir sichern Ihnen ein hohes Qualitätsniveau aller Untersuchungen zu. Mit der
Erfahrung aus einer langen Konzerntradition werden Ihre analytischen Aufgaben
von unseren Spezialisten ideenreich und zielstrebig gelöst.

Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre speziellen Fragen ein individuelles Angebot.

Bitte sprechen Sie uns an!

AQura GmbH

Standort Marl
Paul-Baumann-Str. 1
45772 Marl

Standort Wolfgang
Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau

www.aqura.de

Aggressive Medien und instabile Zwischenstufen

Untersucht werden können Feststoffe, Lösungen und Mischungen, die vollständig löslich sind. Selbst in aggressiven Medien wie z.B. konzentrierter Säure können Bestimmungen durchgeführt werden. Ebenfalls eignet sich die Methode zur Quantifizierung von instabilen Zwischenstufen, wie z.B. Grignard-Verbindungen, die in Lösung generiert und direkt eingesetzt werden.

Genauigkeit und Validierung

Der Gehalt kann je nach Anforderung in einer Einfachbestimmung abgeschätzt oder in einer Doppel- oder Dreifachbestimmung abgesichert werden. Dabei werden bei Hauptkomponenten je nach Fragestellung und Matrix Standardabweichungen um 0,5 % (absolut und relativ) erreicht.

Natürlich bieten wir auch die teilweise oder vollständige Validierung des Bestimmungsverfahrens an und erstellen stoffspezifische Methoden. Aufgrund des völlig eigenständigen Analysenprinzips eignet sich die *qNMR* hervorragend zur Kreuzvalidierung von chromatographischen Methoden. Die *qNMR* ist daher eine sinnvolle Ergänzung zur Charakterisierung von Referenzstandards.

qNMR im GMP-Umfeld

In der Version 6 der **Ph. Eur.** wurde die Methode 2.2.33 zur NMR-Spektroskopie vollständig überarbeitet. Die Gehaltsbestimmung mittels NMR-Spektroskopie (*qNMR*) wurde explizit aufgenommen und die entsprechenden Rahmenbedingungen definiert. Auch in der **USP**, Kapitel <761>, ist die absolute Quantifizierung mittels NMR ausführlich beschrieben. In den Monographien findet sie immer mehr Verbreitung.

qNMR bei der AQura GmbH

Die AQura GmbH bietet seit Jahren Gehaltsbestimmungen mittels NMR-Spektroskopie für die verschiedensten chemischen und biochemischen Produkte an. Unser Methoden-Know-How haben wir dabei gezielt weiterentwickelt und verfügen heute über ein breites Fachwissen zu Quantifizierungen in den verschiedensten Medien.

Die AQura GmbH verfügt hierzu über 400, 500 und 600 MHz NMR-Spektrometer. Durch unser geschultes und erfahrenes Personal werden Ihre Messungen sorgfältig ausgeführt und ausgewertet.

Methode des Internen Standards:

(z.B. nach Ph. Eur. 6.3 Abschnitt 2.2.33)

Formel:

$$m_A = \frac{I_A}{I_B} \times \frac{N_B}{N_A} \times \frac{M_A}{M_B} \times m_B \times \frac{P_B}{100}$$

m_A = Masse der Prüfsubstanz

m_B = Masse des Standards

M_i = Molare Massen

N_i = Anzahl der beitragenden Kerne

I_i = Signalintensitäten

P_B = prozentuale Reinheit des Standards



Typische Referenzstandards für die quantitative NMR-Spektroskopie:

(geeignet für polare oder nichtpolare Lösungsmittel sowie in Abhängigkeit der spektralen Bereiche)

