

# Quantitative NMR mit cryo probe

Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH



## FAH Informationsveranstaltung

Quantitative NMR -  
Innovatives Verfahren in der Analytik von Arzneistoffen

12. Februar 2009

Dr. Bernd W.K. Diehl

# Inhalt



- **Multikomponentenanalyse**
- **Aminosäuren**
- **Peptide**
- **qNMR mit internem Standard**
- **Polysaccharide, Heparin**
- **Lipide**

# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten- analyse von Aloe Vera

Spectral Service

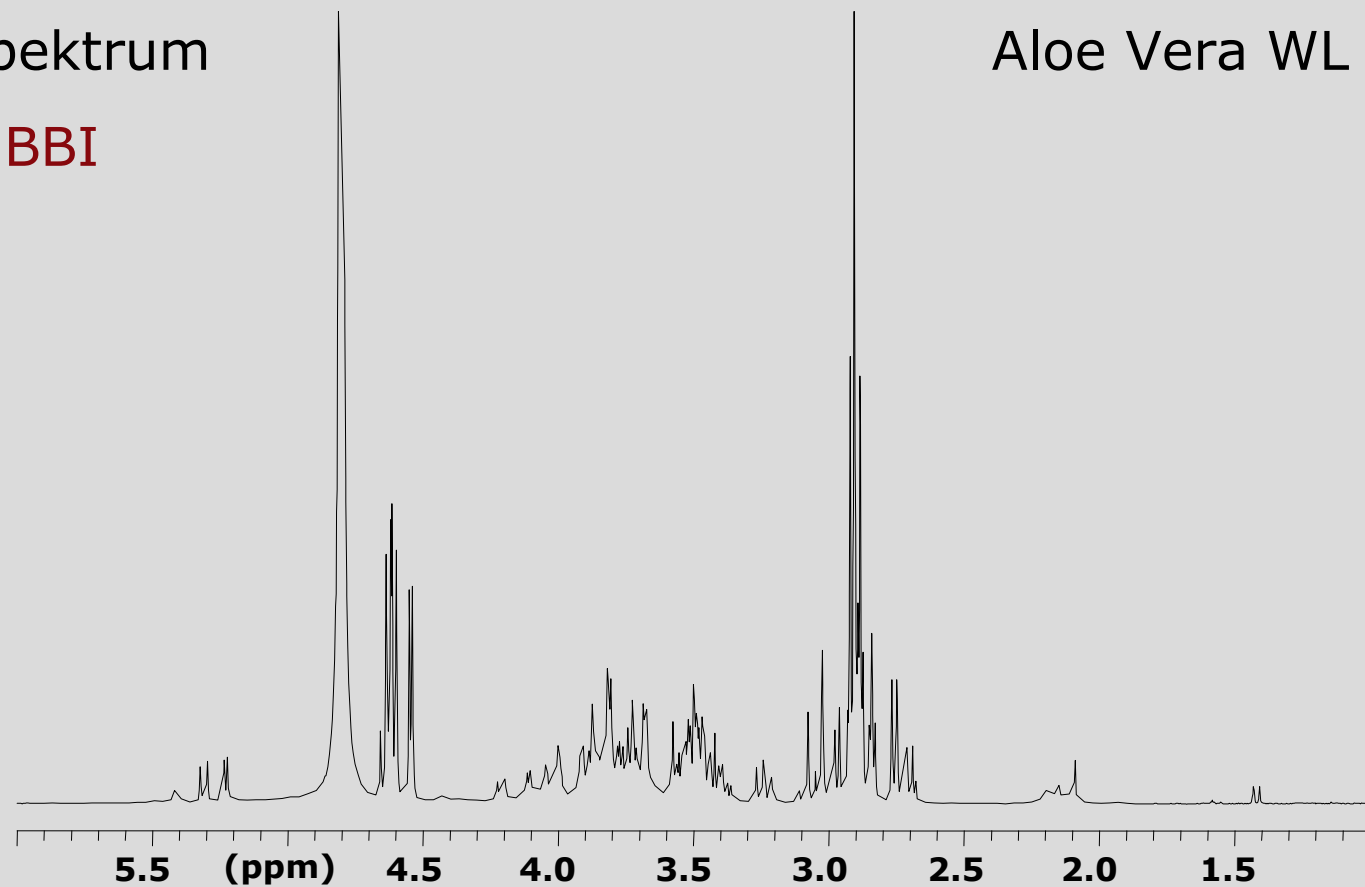


Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Gesamtspektrum

300 MHz BBI

Aloe Vera WL



# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten- analyse von Aloe Vera

Spectral Service

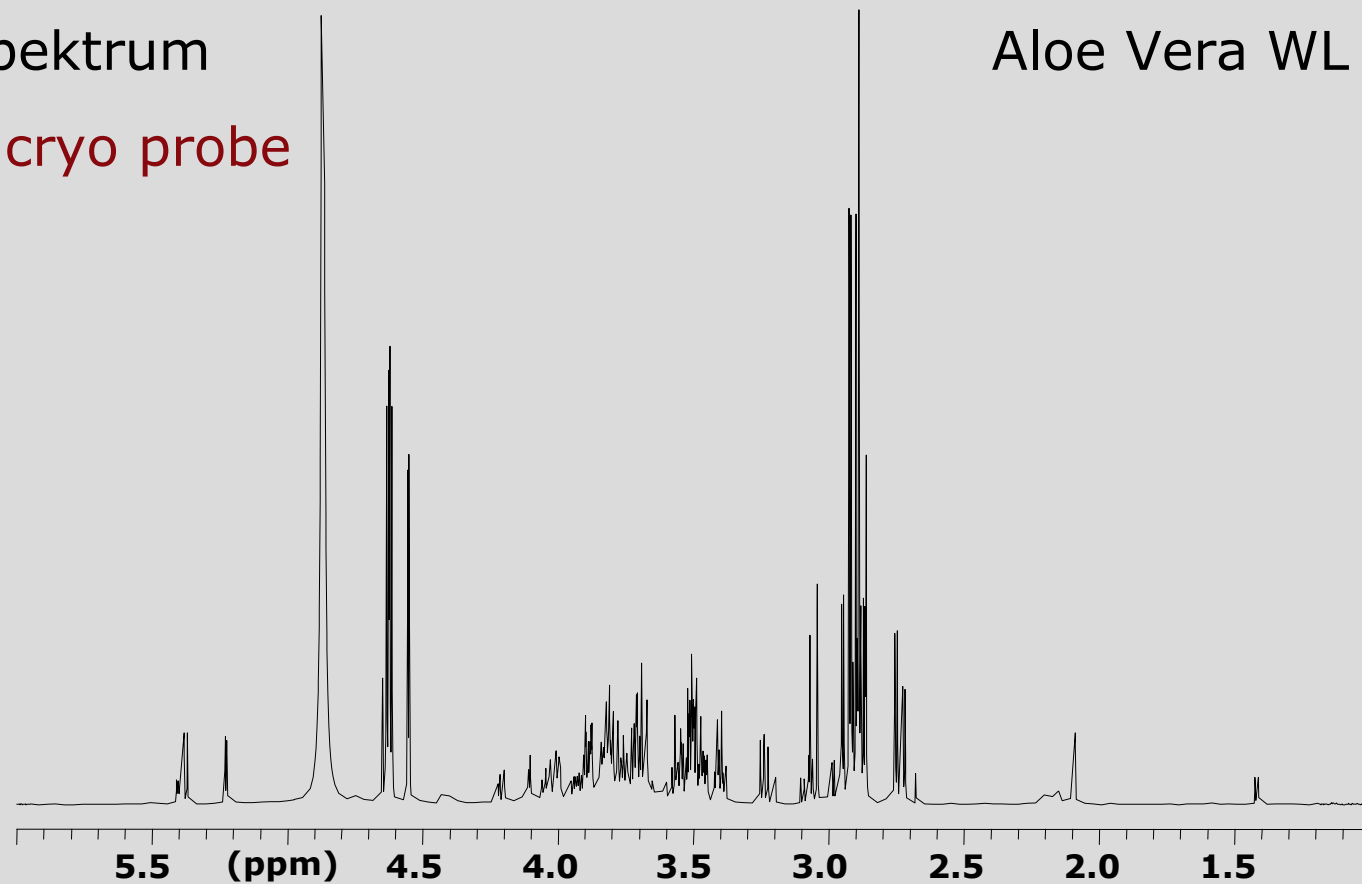


Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Gesamtspektrum

600 MHz cryo probe

Aloe Vera WL



# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten- analyse von Aloe Vera

Spectral Service

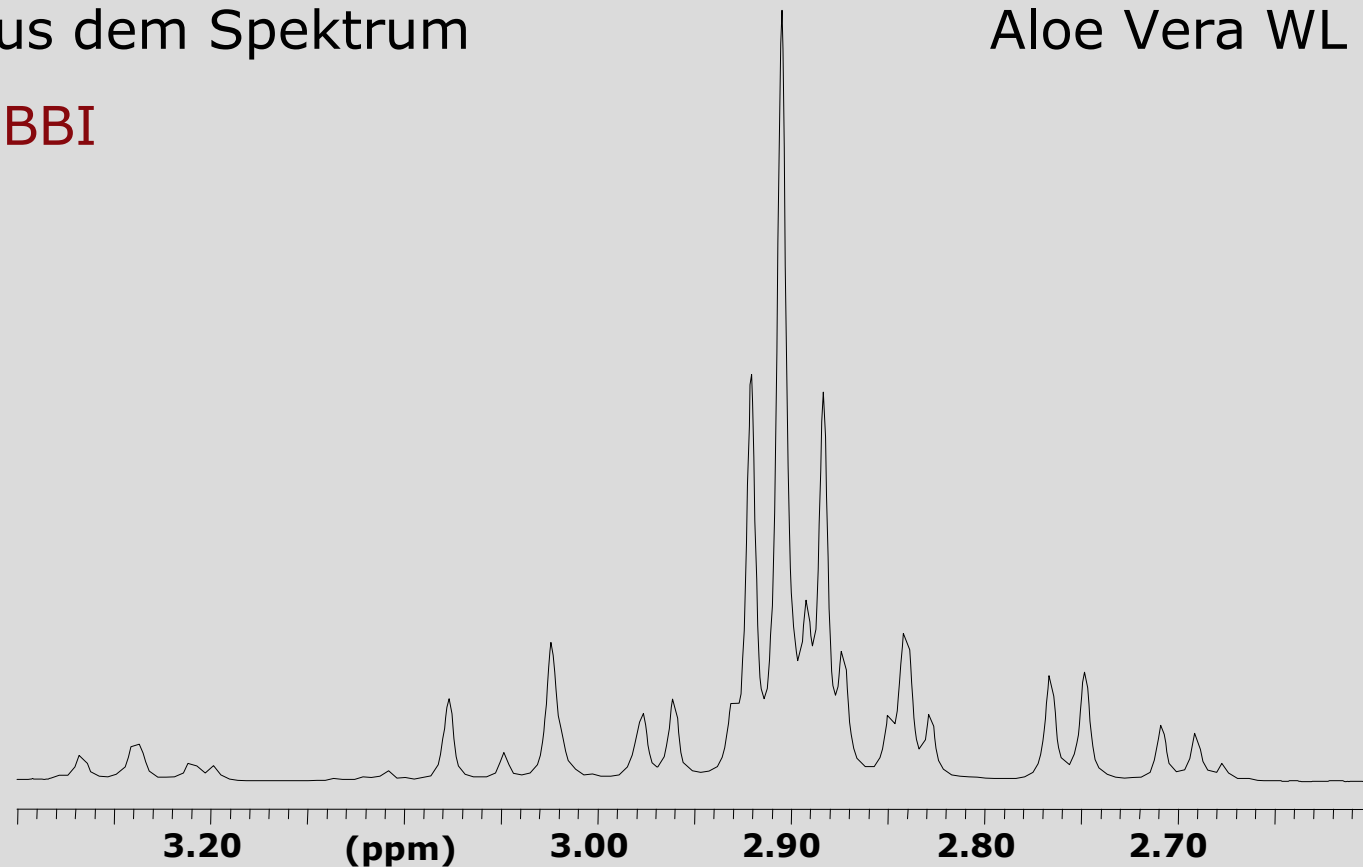


Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Auszug aus dem Spektrum

300 MHz BBI

Aloe Vera WL

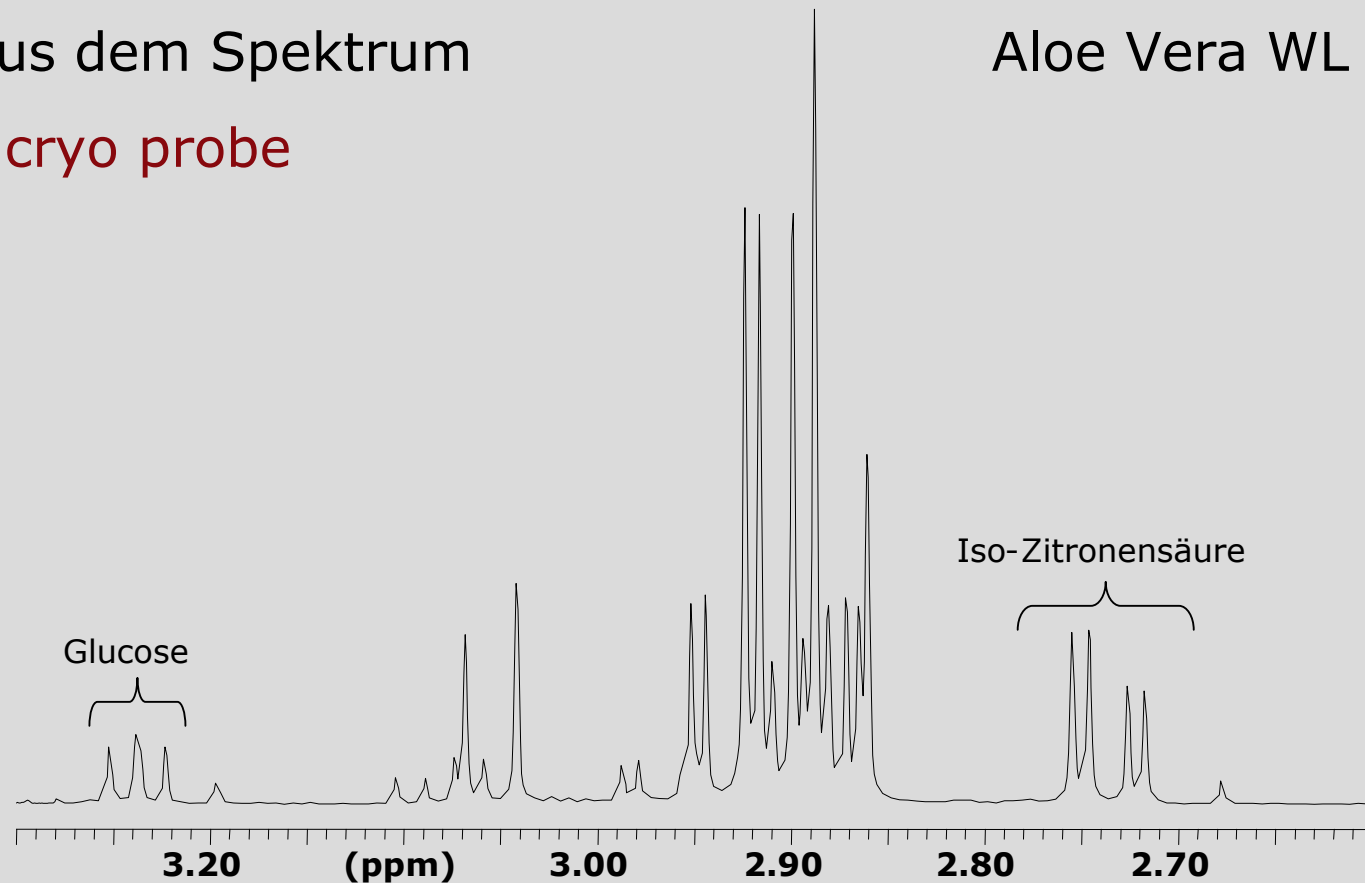


# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten- analyse von Aloe Vera

Auszug aus dem Spektrum  
600 MHz cryo probe

Aloe Vera WL



# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten- analyse von Aloe Vera

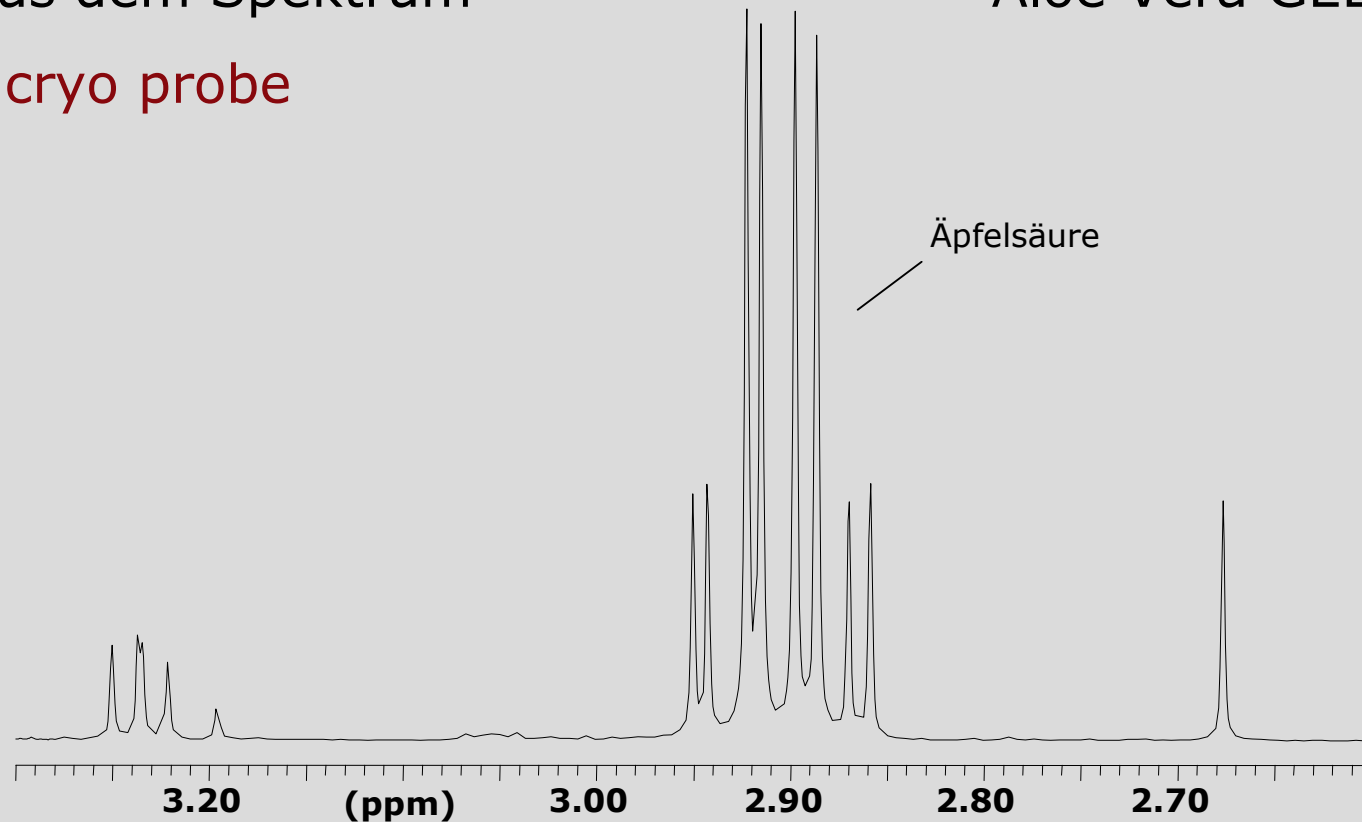
Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Auszug aus dem Spektrum  
600 MHz cryo probe

Aloe Vera GEL



# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten-analyse von Aloe Vera

Spectral Service

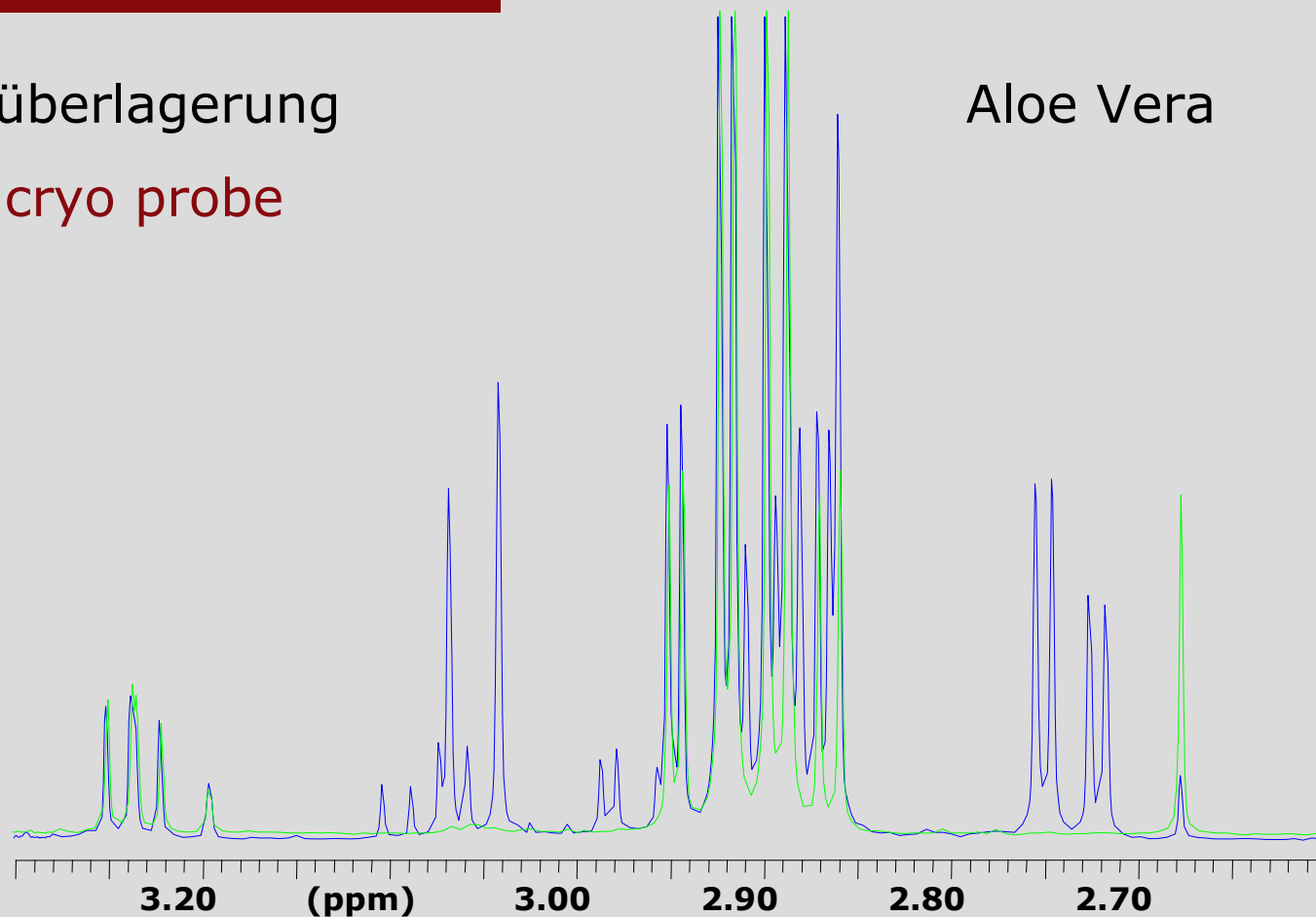


Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Spektrenüberlagerung

600 MHz cryo probe

Aloe Vera





# $^1\text{H-NMR}$

## Multikomponenten- analyse von Aloe Vera

Auszug aus dem Spektrum

600 MHz cryo probe

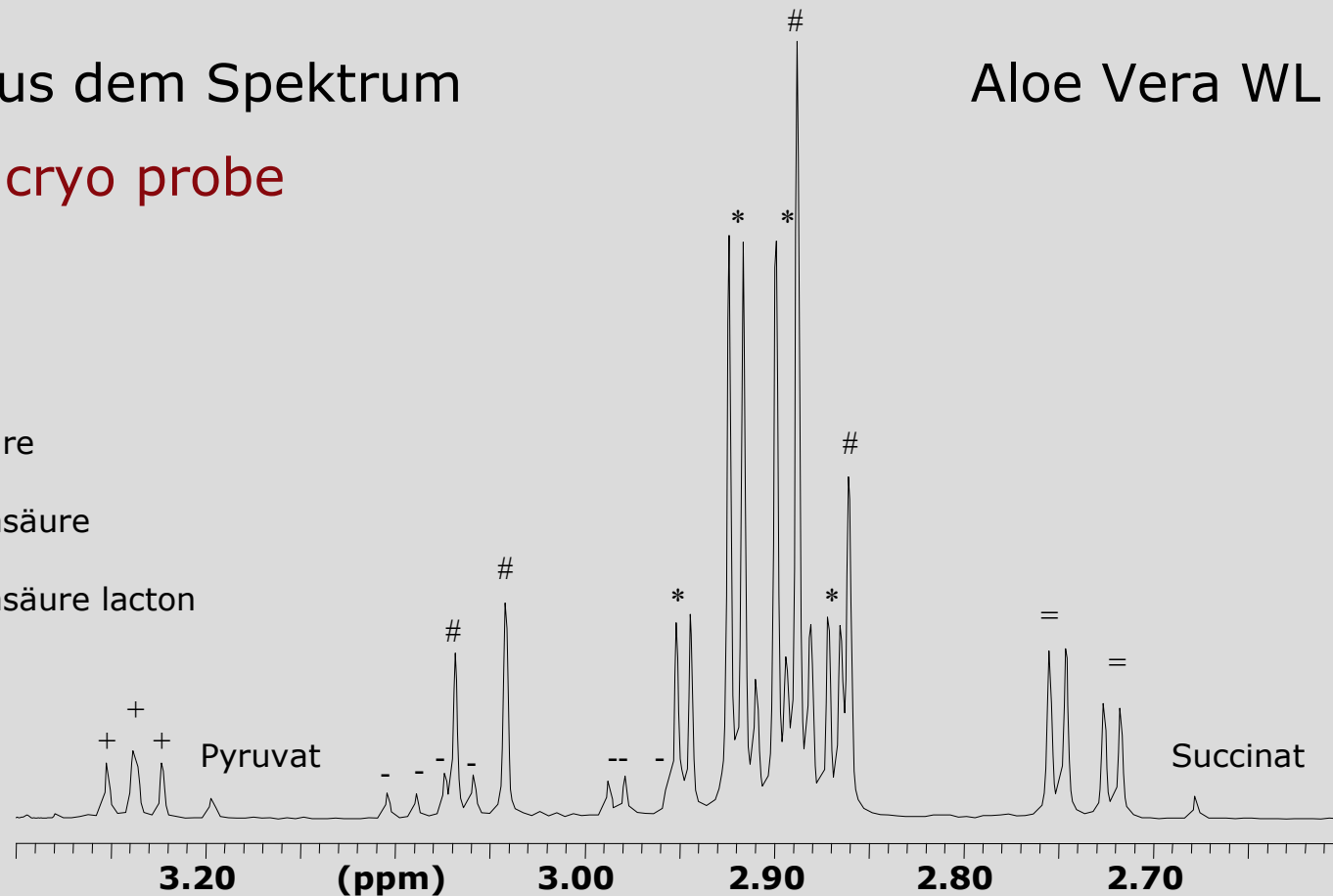
+  $\beta$ -Glucose

\* Äpfelsäure

# Citronensäure

= iso-Cutonensäure

- iso-Cutonensäure lacton



# <sup>1</sup>H-NMR

## Multikomponenten-analyse von Aloe Vera

Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Auszug aus dem Spektrum

600 MHz cryo probe

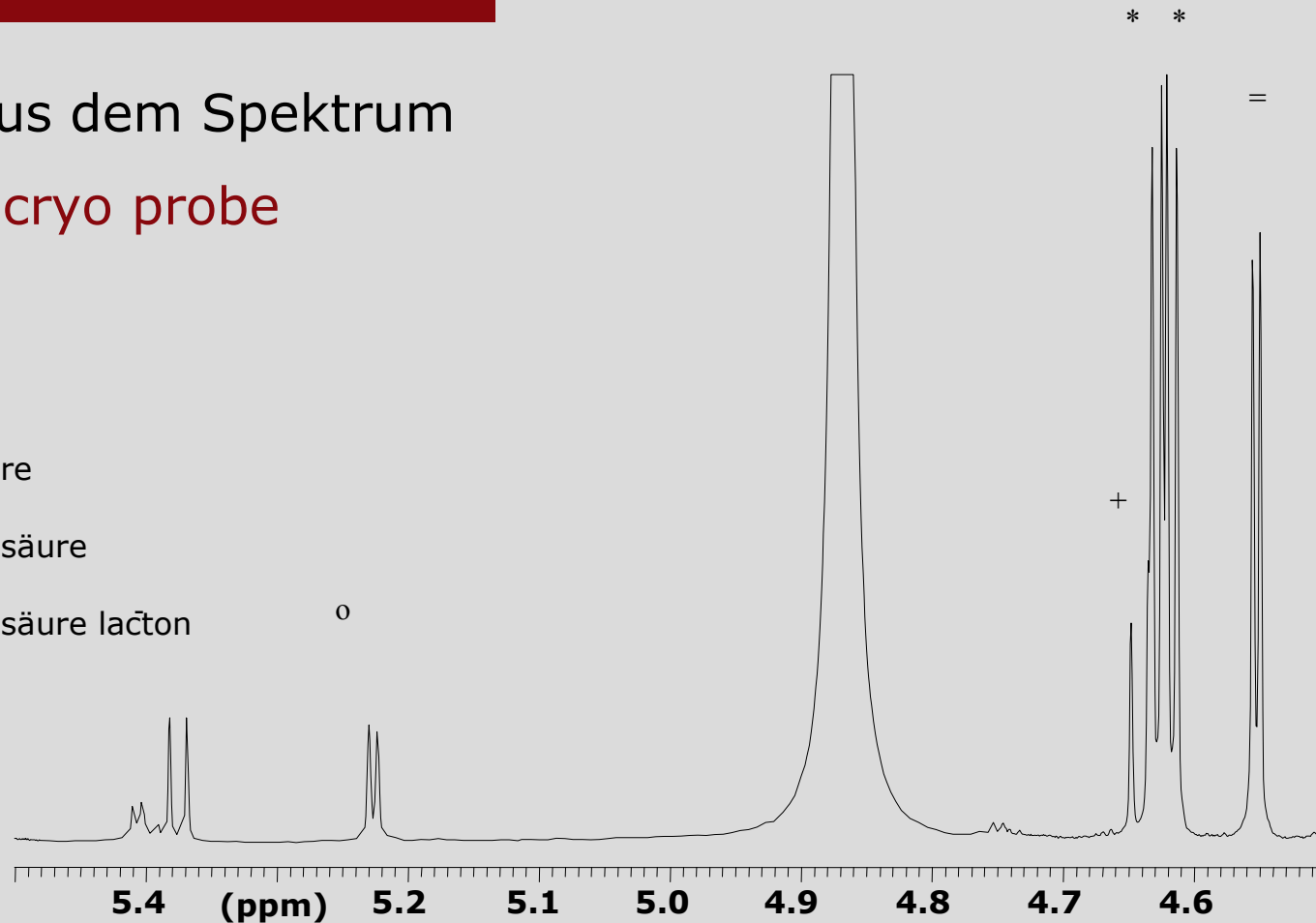
+ β-Glucose

\* Äpfelsäure

# Citronensäure

= iso-Cutonensäure

- iso-Cutonensäure lacton

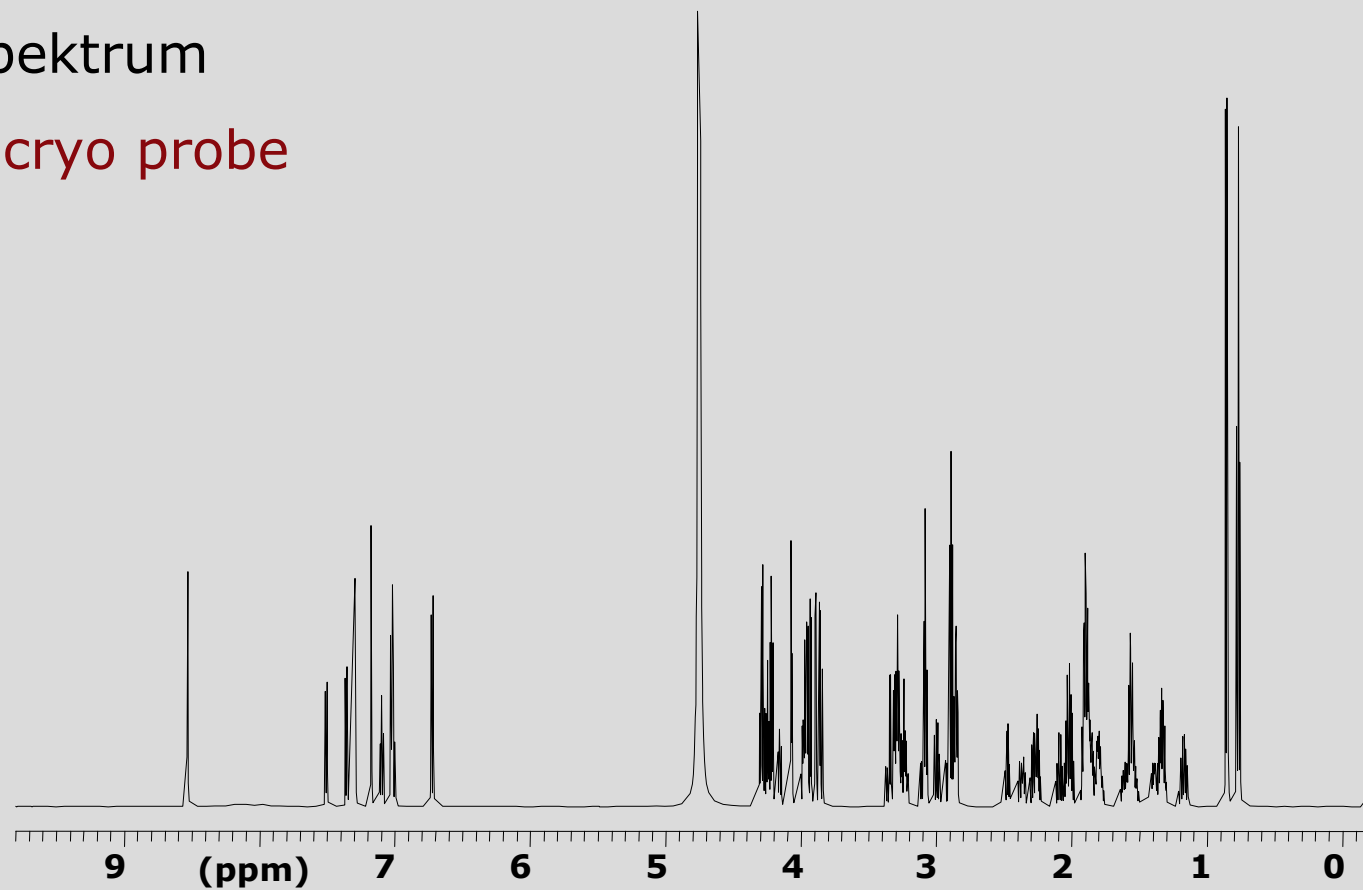


# <sup>1</sup>H-NMR

## Aminosäure-Mix

Gesamtspektrum

600 MHz cryo probe



# <sup>1</sup>H-NMR

## Aminosäure-Mix

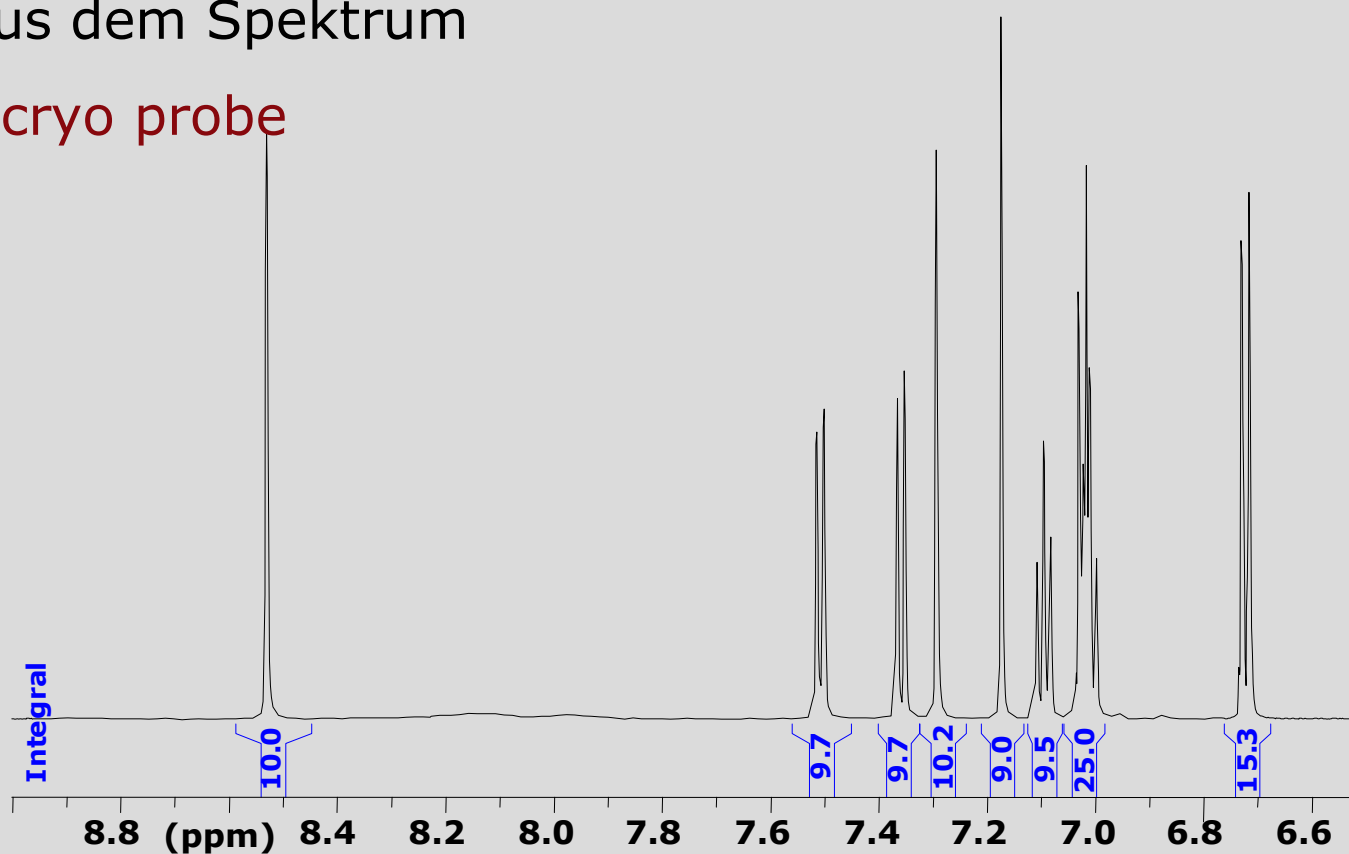
Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Auszug aus dem Spektrum

600 MHz cryo probe



**$^1\text{H-NMR}$**

**Aminosäure-Mix**

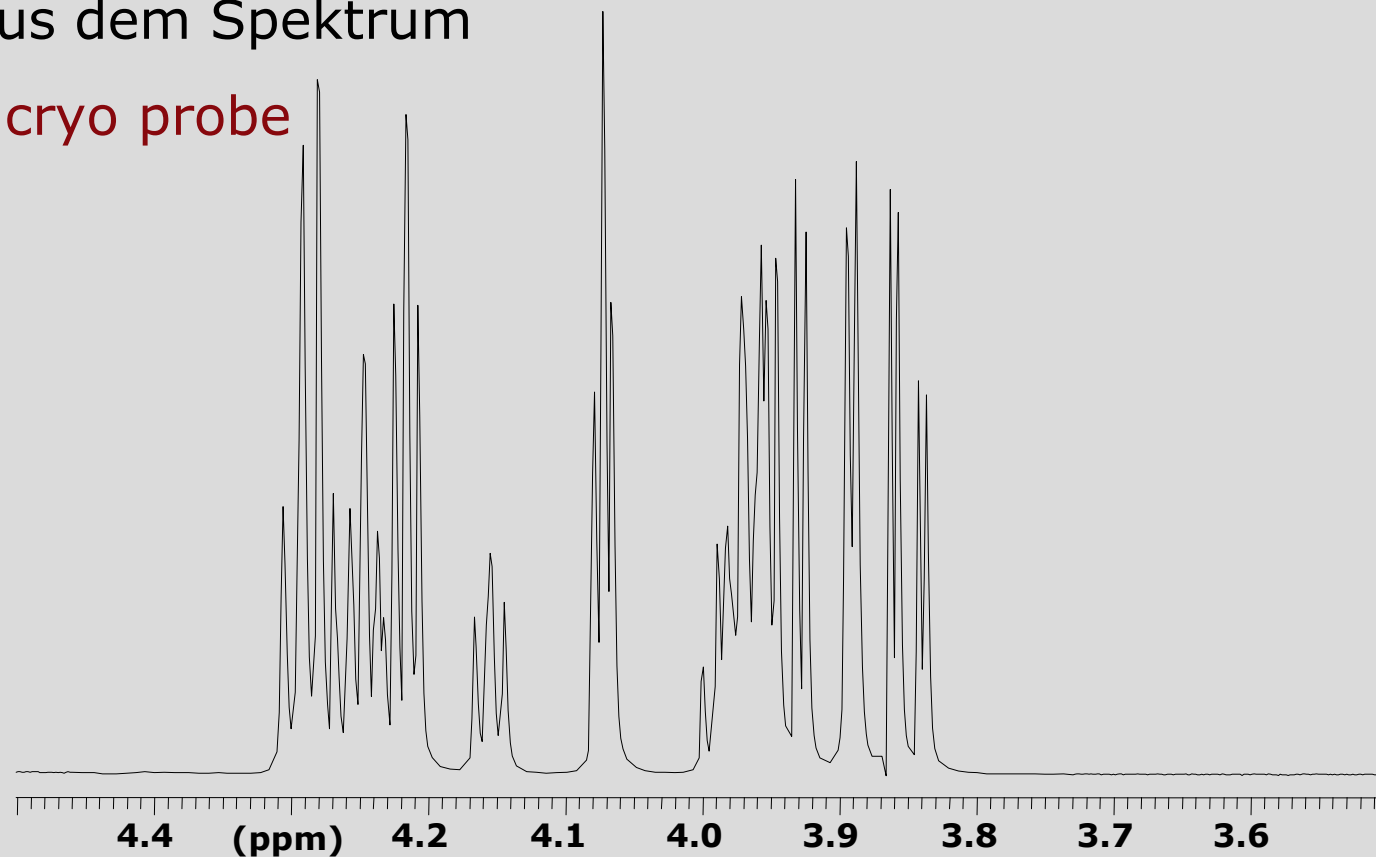
**Spectral Service**



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Auszug aus dem Spektrum

600 MHz cryo probe



**$^{13}\text{C}$ -NMR**

**Aminosäure-Mix**

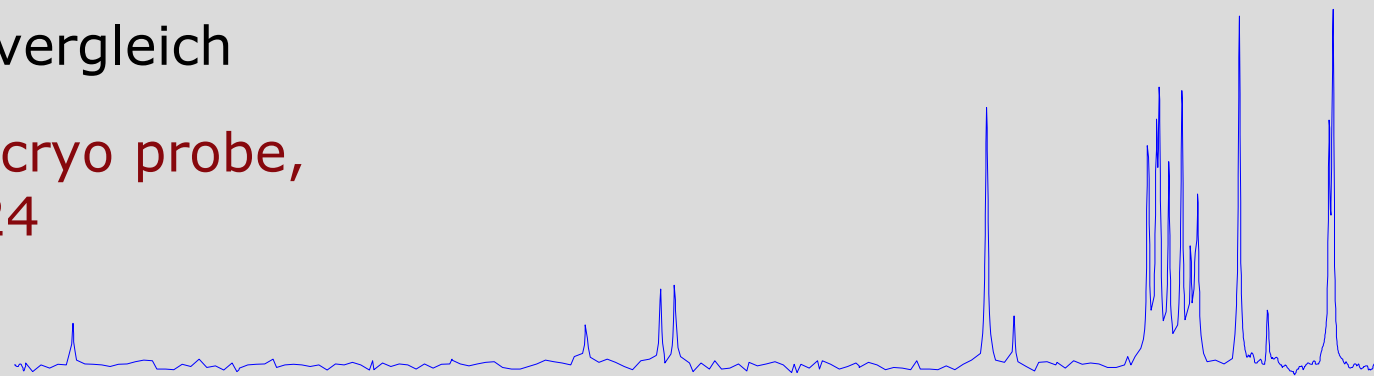
**Spectral Service**



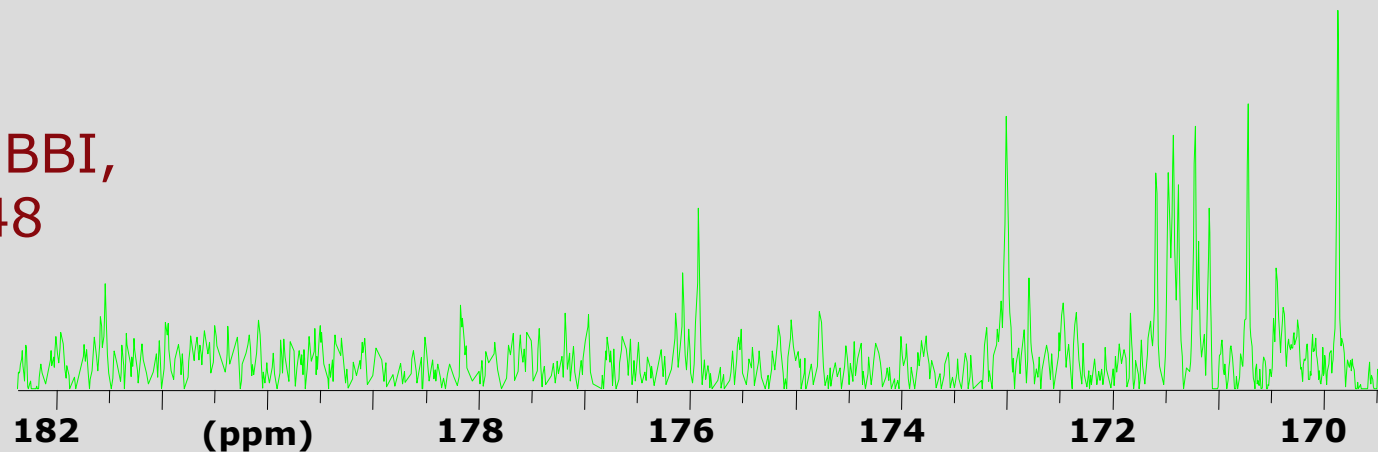
Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

Spektrenvergleich

600 MHz cryo probe,  
NS = 1024



300 MHz BBI,  
NS = 2048



**$^{13}\text{C}$ -NMR**

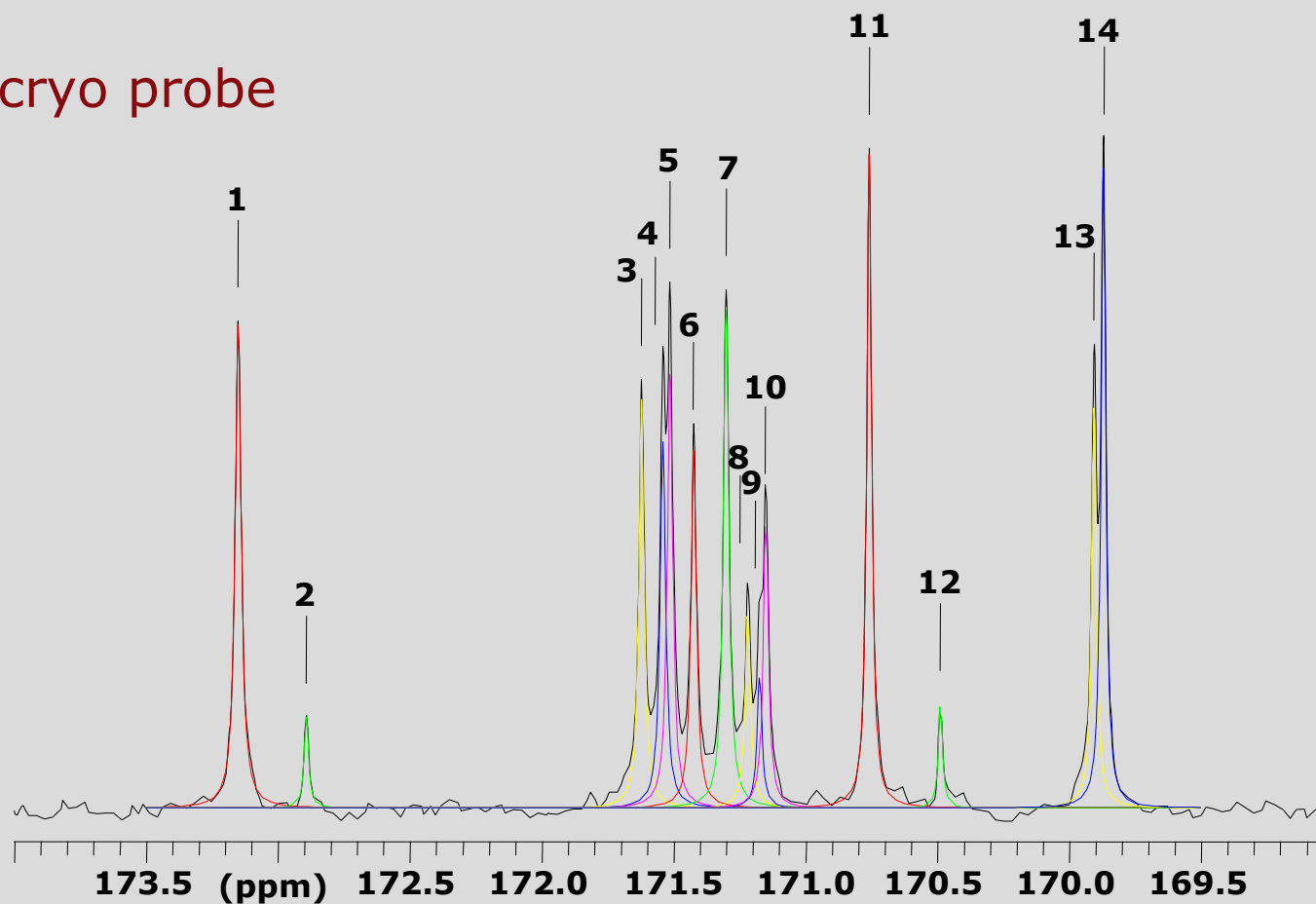
**Aminosäure-Mix**

Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

600 MHz cryo probe

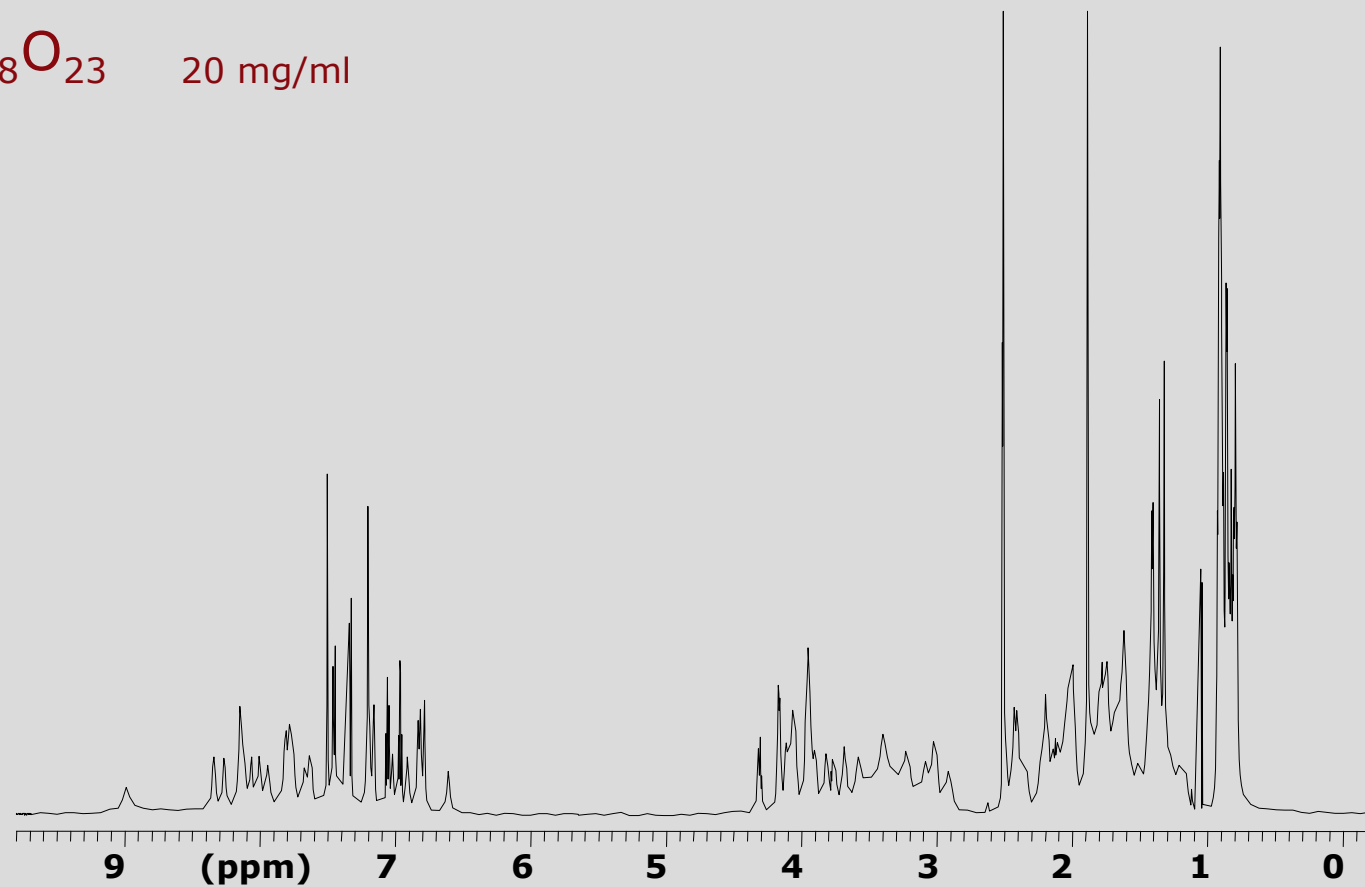


**$^1\text{H-NMR}$**

**Peptide**

$\text{C}_{95}\text{H}_{152}\text{N}_{28}\text{O}_{23}$  20 mg/ml

NS = 1



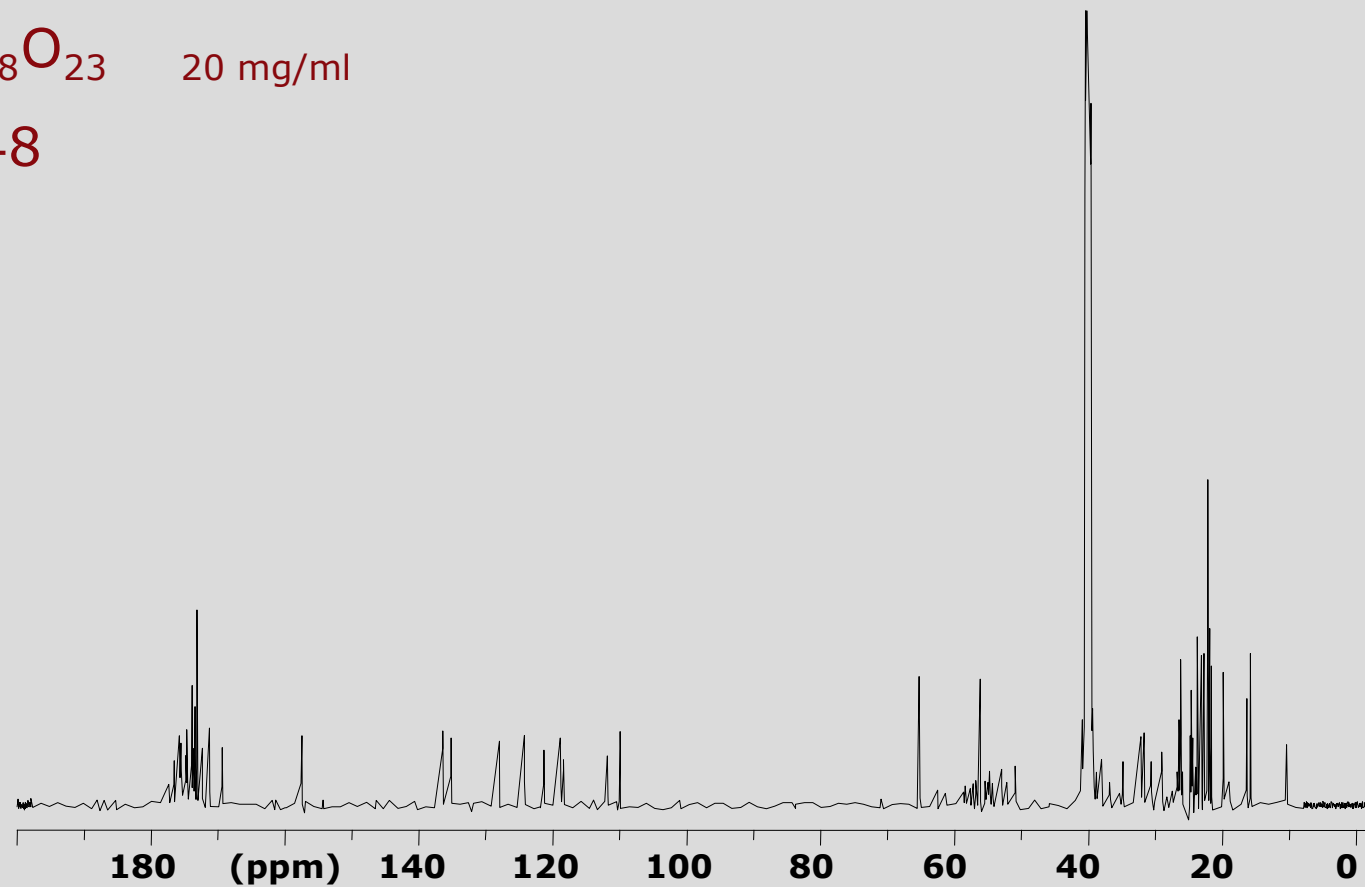


**$^{13}\text{C}$ -NMR**

**Peptide**

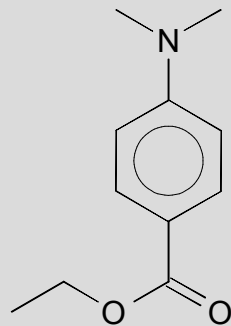
$\text{C}_{95}\text{H}_{152}\text{N}_{28}\text{O}_{23}$  20 mg/ml

NS = 2048

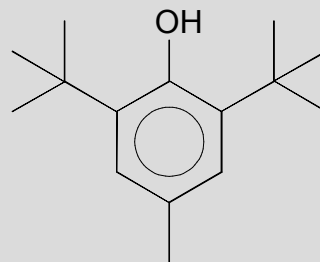


# <sup>1</sup>H-qNMR

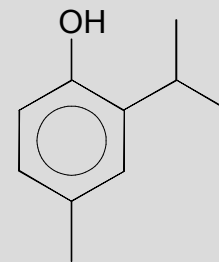
## Standards für qNMR



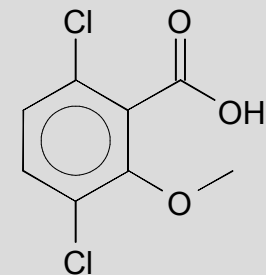
**DBEE**



**BHT**



**Thymol**

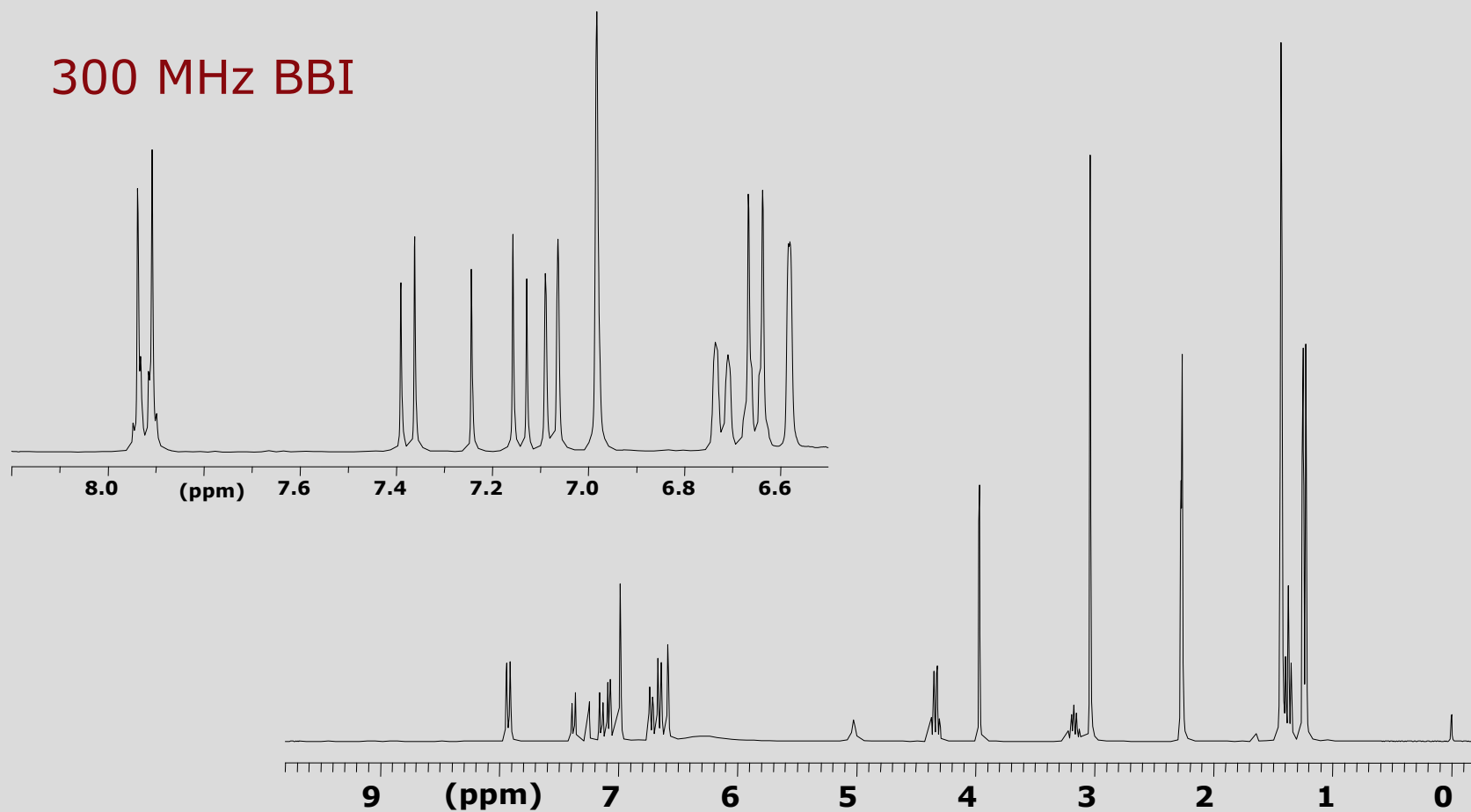


**DCMB**

# $^1\text{H}$ -qNMR

## Mix von Standards

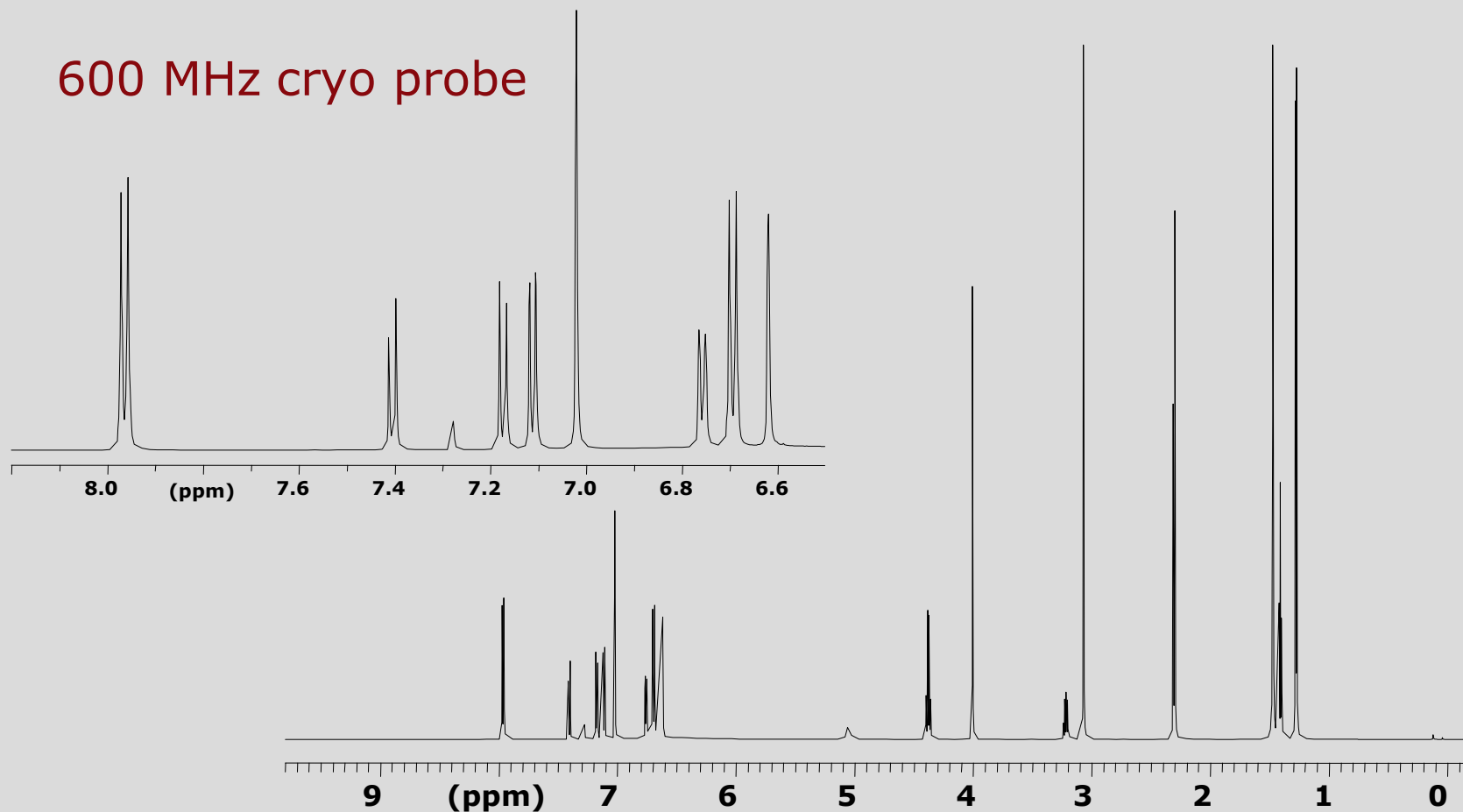
300 MHz BBI



# $^1\text{H}$ -qNMR

## Mix von Standards

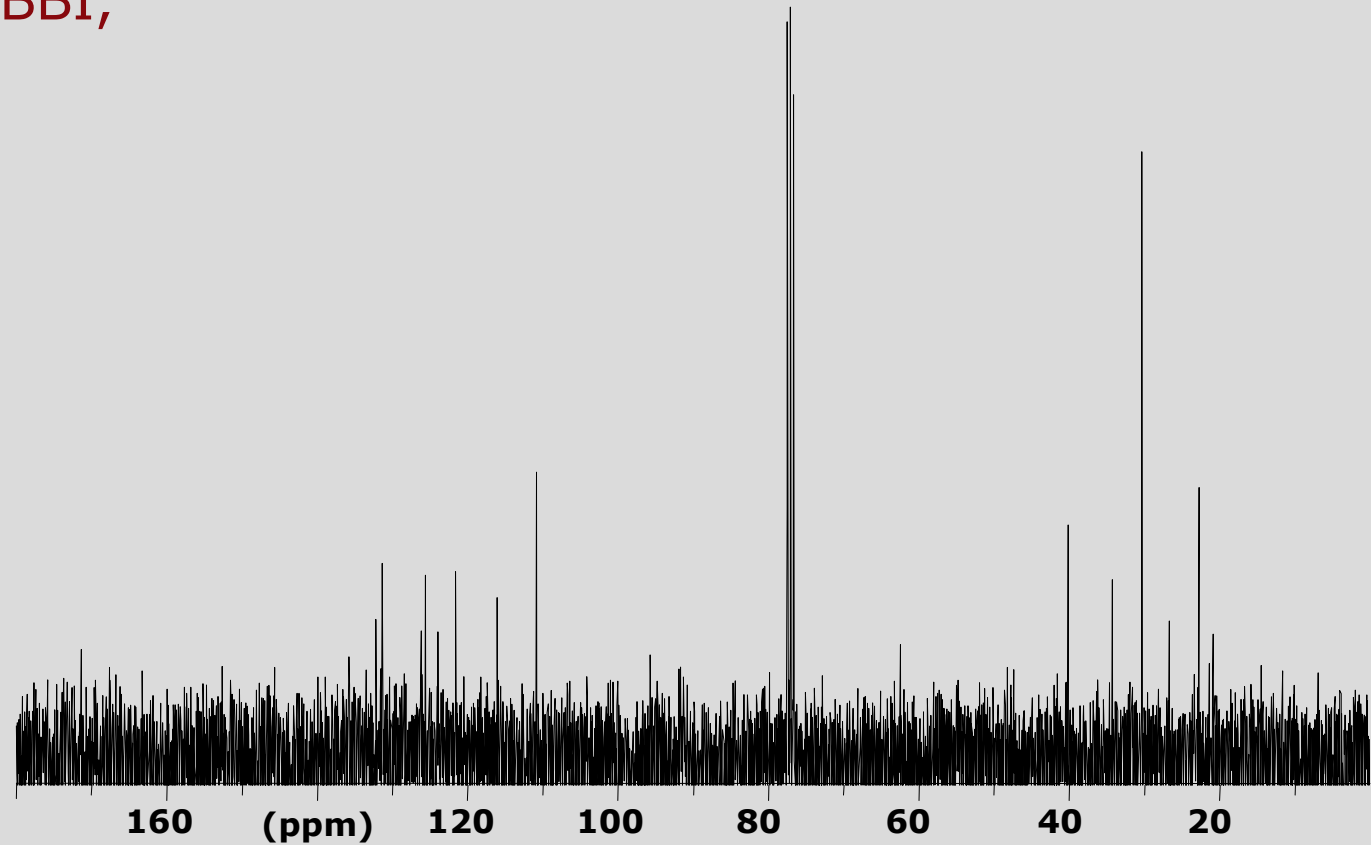
600 MHz cryo probe



**$^{13}\text{C}$ -qNMR**

**Mix von Standards**

300 MHz BBI,  
NS = 16



**$^{13}\text{C}$ -qNMR**

**Mix von Standards**

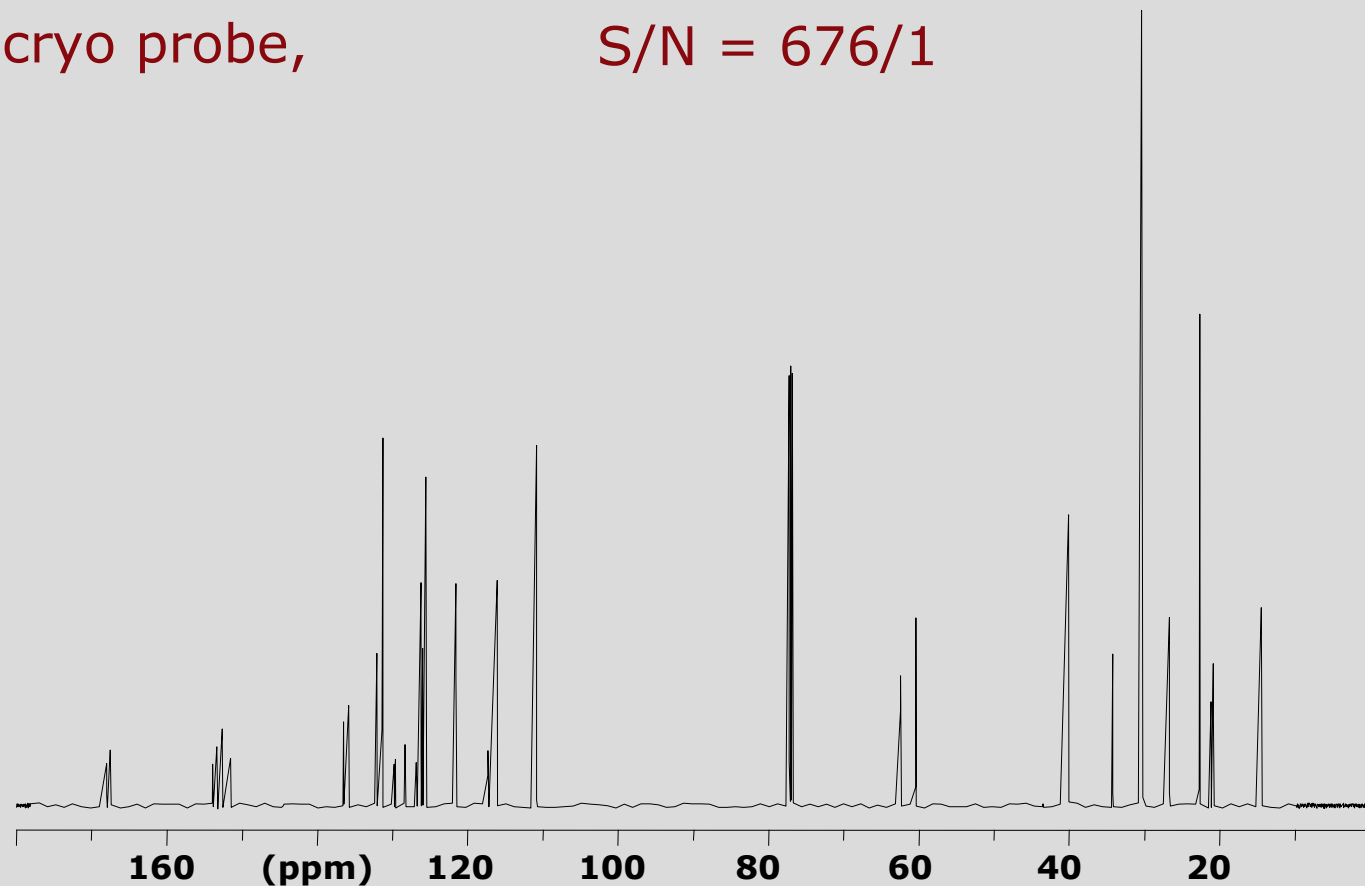
**Spectral Service**



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

600 MHz cryo probe,  
NS = 16

S/N = 676/1



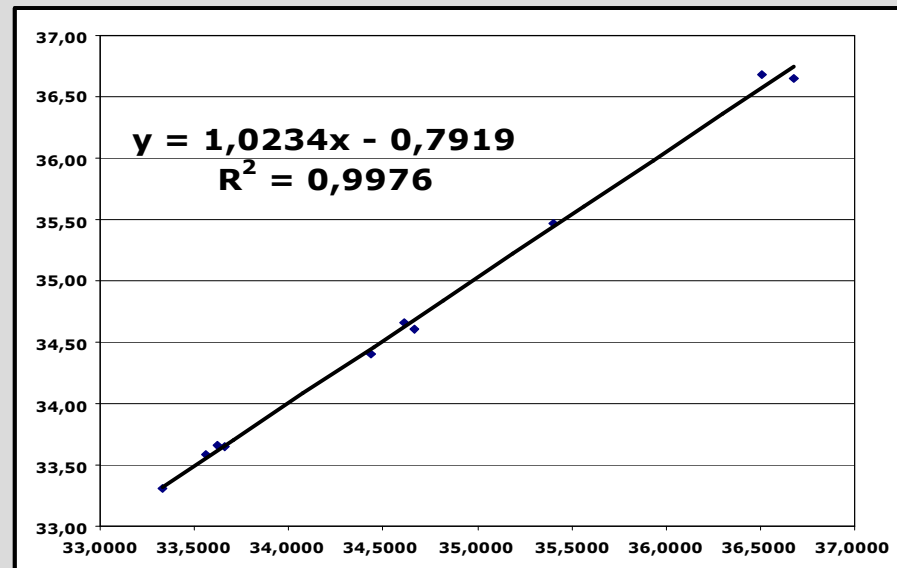
## Vergleich der Einwaagen von 10 Wägeschiffchen

Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

| UMX2 [mg] | R180D [mg] | %      |
|-----------|------------|--------|
| 33,5580   | 33,58      | 100,07 |
| 33,3330   | 33,31      | 99,93  |
| 33,6594   | 33,65      | 99,97  |
| 36,6760   | 36,65      | 99,93  |
| 34,4345   | 34,40      | 99,90  |
| 34,6630   | 34,61      | 99,85  |
| 35,4031   | 35,47      | 100,19 |
| 33,6249   | 33,66      | 100,10 |
| 36,5050   | 36,68      | 100,48 |
| 34,6121   | 34,66      | 100,14 |
|           | Mean       | 100,06 |
|           | Stdv.      | 0,19   |
|           | RSD        | 0,19   |



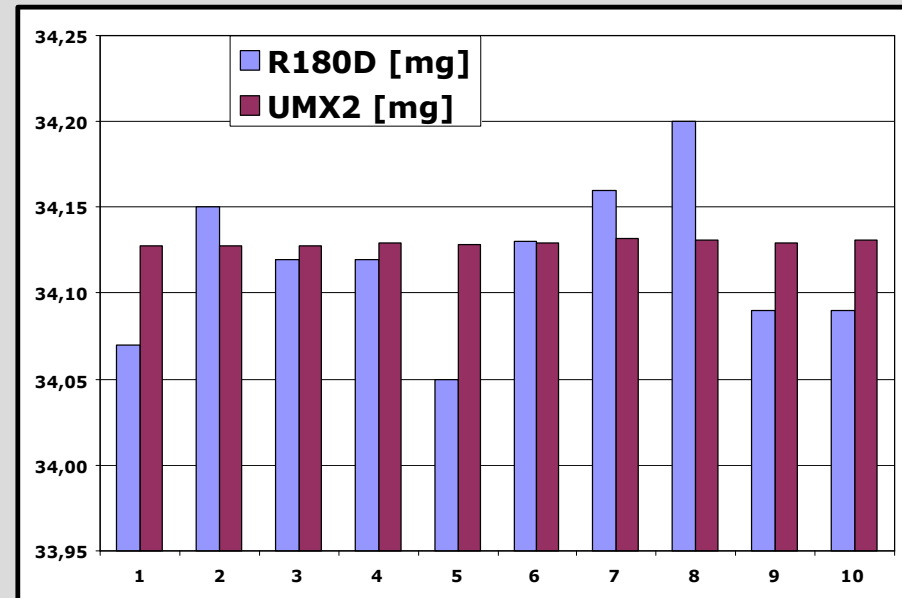
# Vergleich 10 Einwaagen von 1 Wägeschiffchen

Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

| UMX2 [mg] | R180D [mg] | %      |
|-----------|------------|--------|
| 34,1272   | 34,07      | 100,17 |
| 34,1273   | 34,15      | 99,93  |
| 34,1276   | 34,12      | 100,02 |
| 34,1297   | 34,12      | 100,03 |
| 34,1280   | 34,05      | 100,23 |
| 34,1293   | 34,13      | 100,00 |
| 34,1316   | 34,16      | 99,92  |
| 34,1307   | 34,20      | 99,80  |
| 34,1290   | 34,09      | 100,11 |
| 34,1308   | 34,09      | 100,12 |
| 34,1291   | 34,1180    | 100,03 |
| 0,002     | 0,045      | 0,13   |
| 0,005     | 0,132      | 0,13   |





**$^{13}\text{C}$ -qNMR**

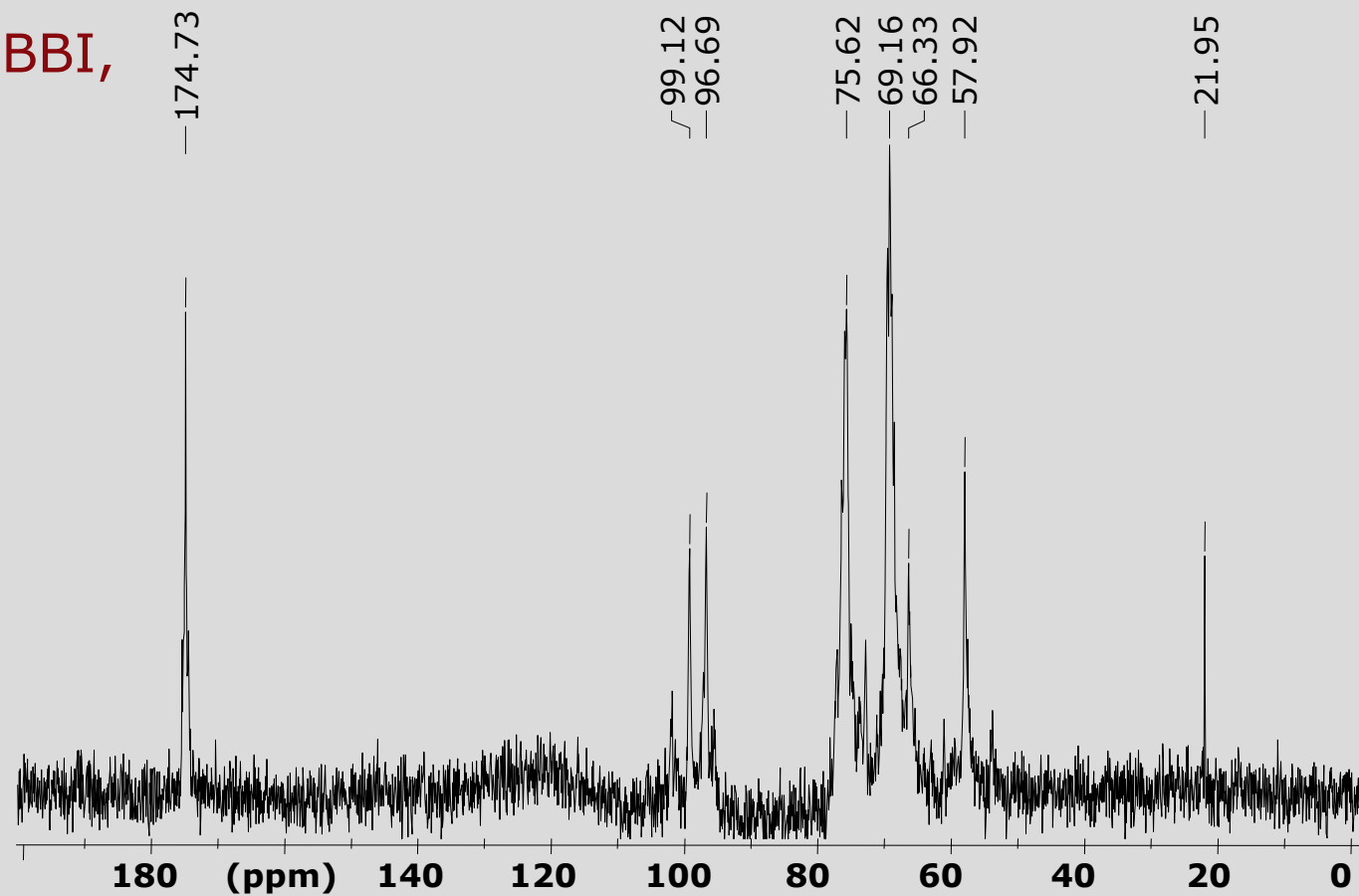
**Heparin**

Spectral Service



Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

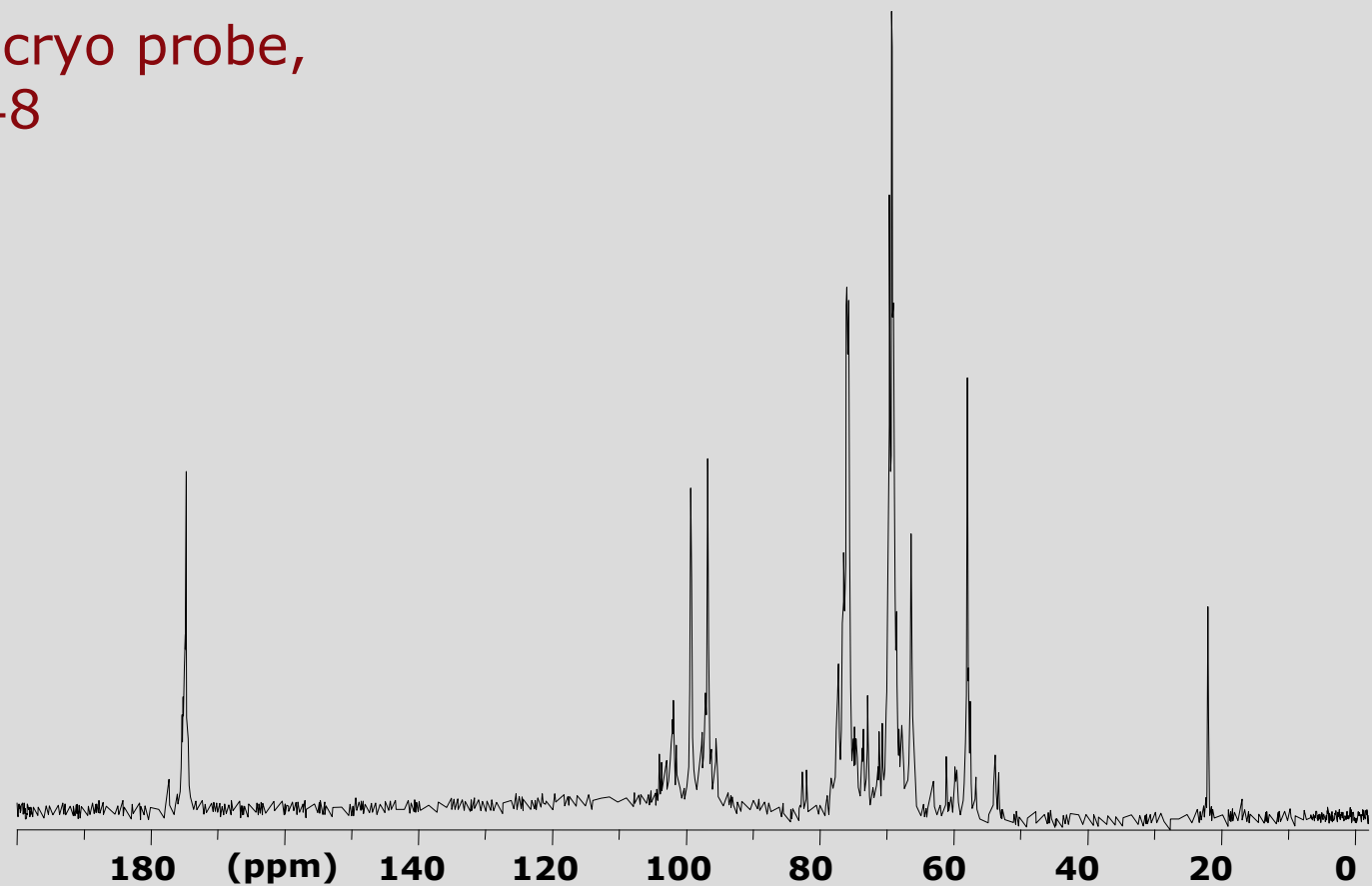
300 MHz BBI,  
NS = 16



**$^{13}\text{C}$ -qNMR**

**Heparin**

600 MHz cryo probe,  
NS = 2048



**$^{13}\text{C}$ -qNMR**

**Heparin**

**Spectral Service**

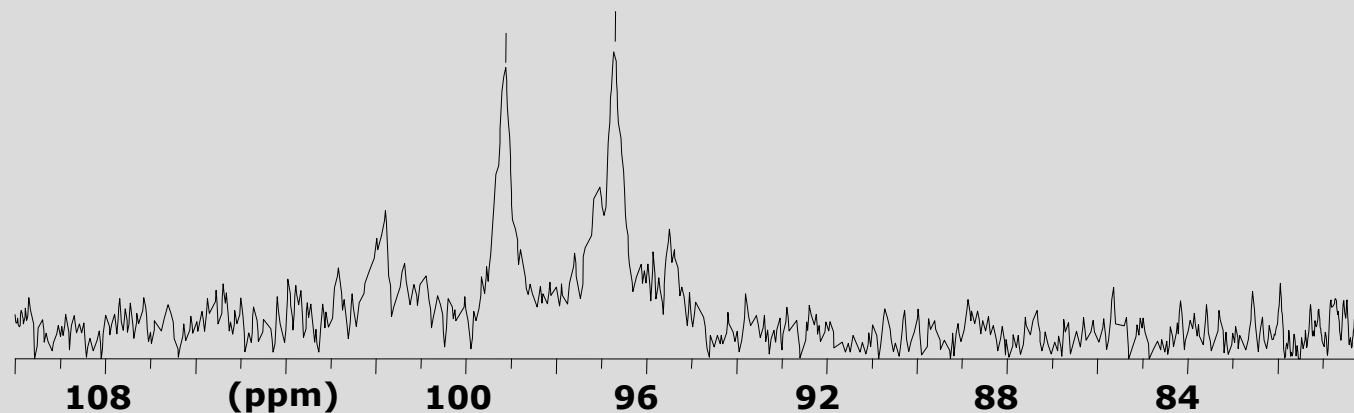


Laboratorium  
für Auftragsanalytik GmbH

300 MHz BBI,  
NS = 10 000

—99.12

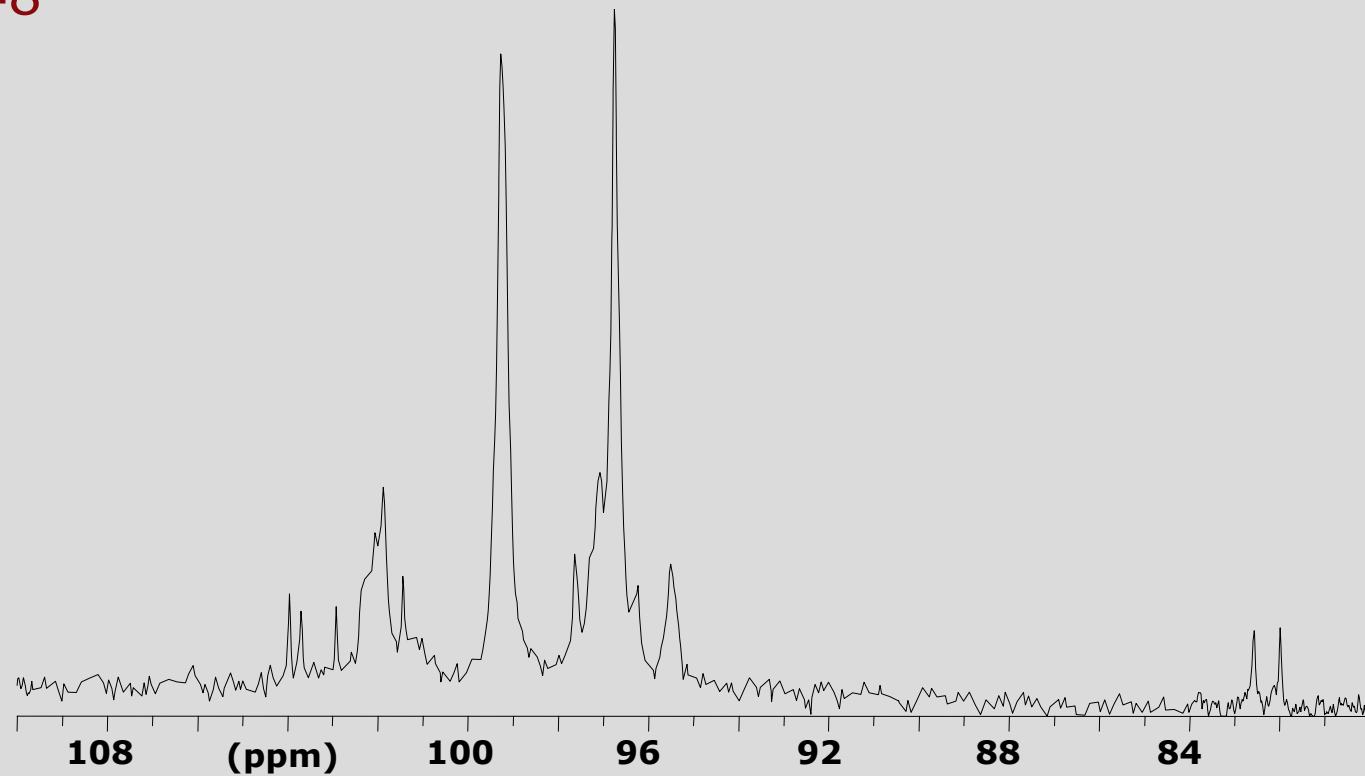
—96.69



**$^{13}\text{C}$ -qNMR**

**Heparin**

600 MHz cryo probe,  
NS = 2048



**$^{31}\text{P}$ -qNMR**

**Lecithin**

300 MHz BBI,  
NS = 256



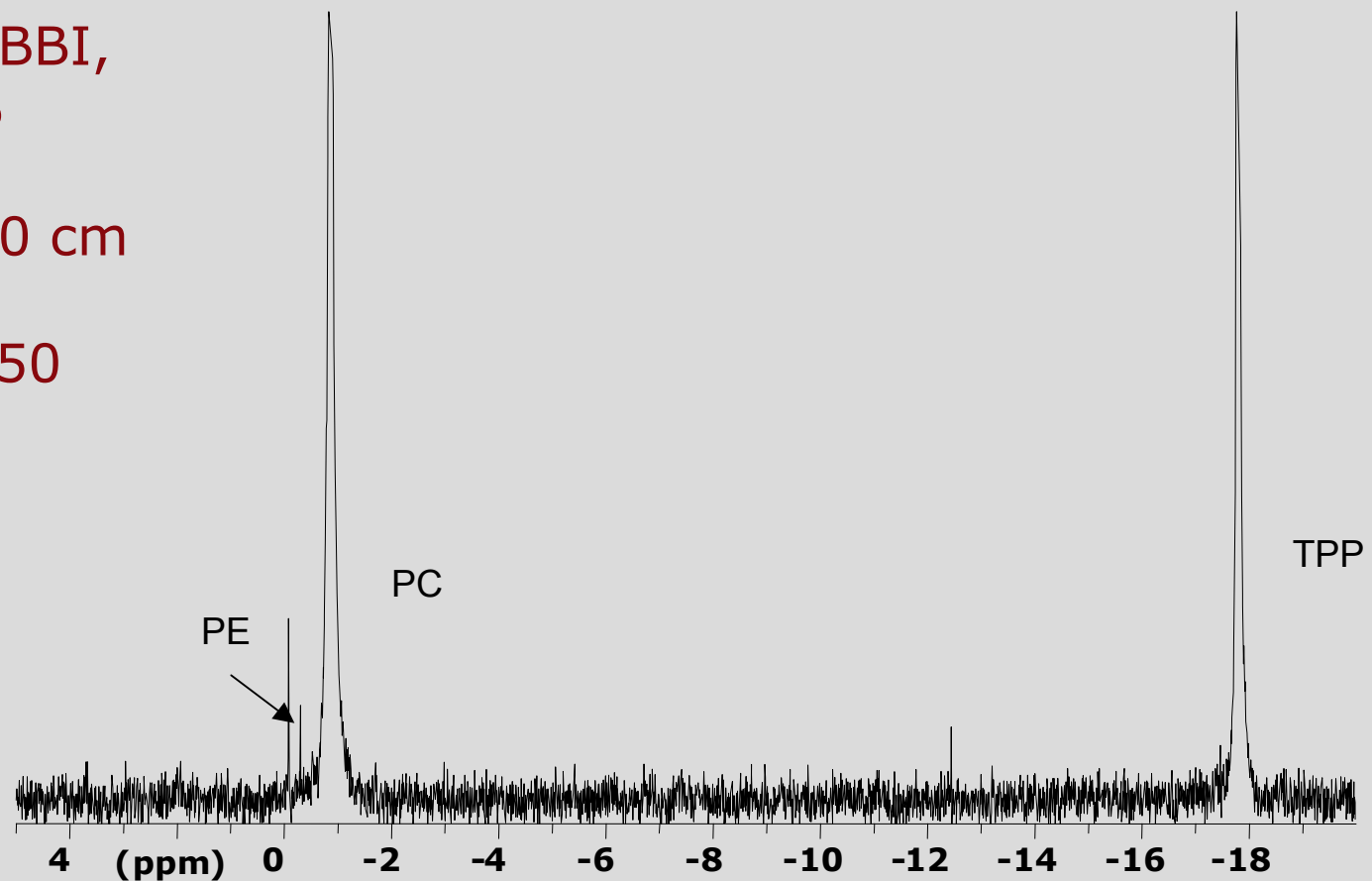
**$^{31}\text{P}$ -qNMR**

**Lecithin**

300 MHz BBI,  
NS = 256

CY = 1000 cm

S/N = 1650



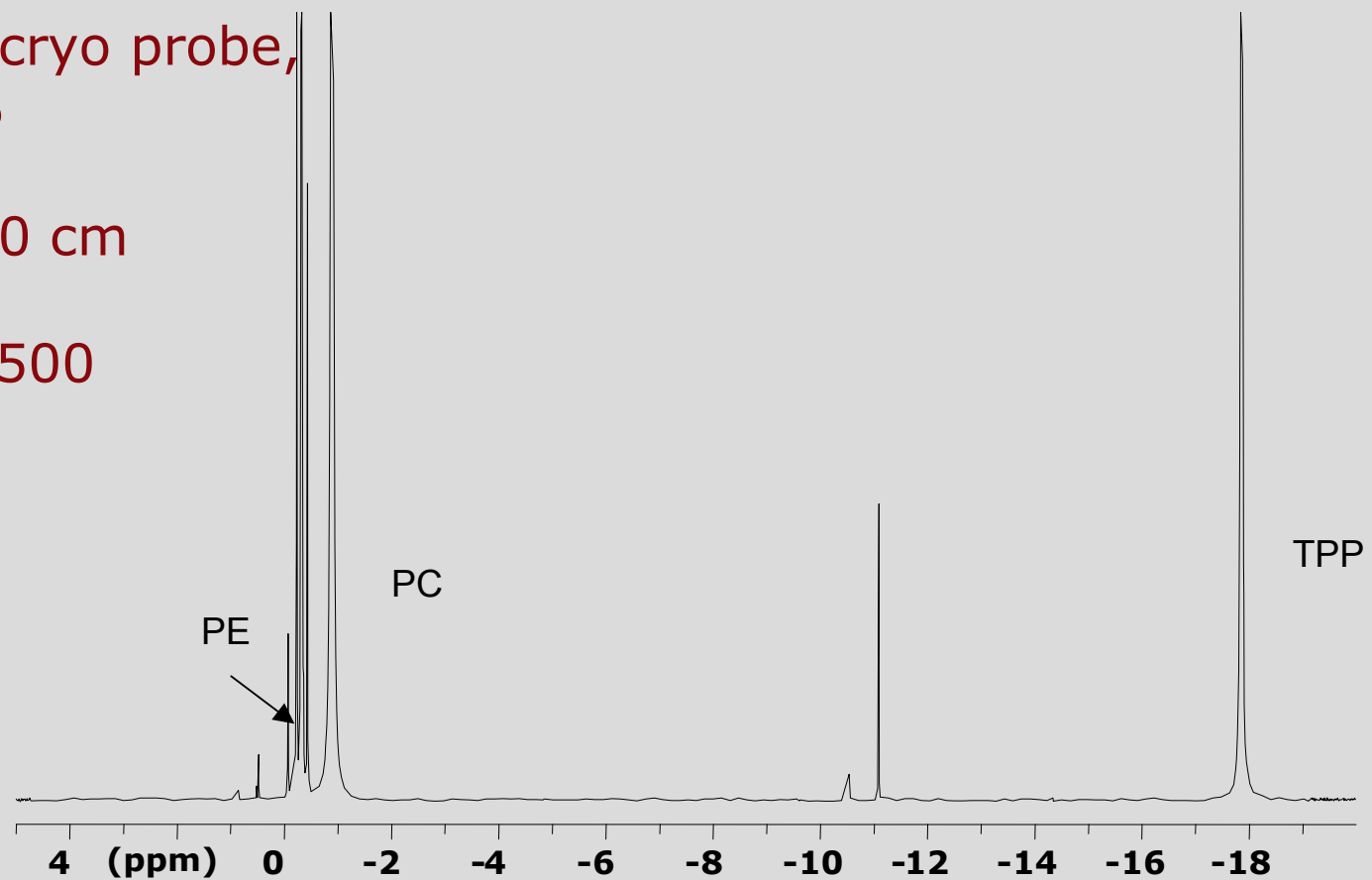
# $^{31}\text{P}$ -qNMR

## Lecithin

600 MHz cryo probe,  
NS = 256

CY = 1000 cm

S/N = 31500



# Zusammenfassung



- Höher
- Schneller
- Weiter