

HPTLC-MS-Analyse mit neuartigem kompaktem Single-Quadrupole Massenspektrometer

Ein neues Massenspektrometer mit der Bezeichnung expression CMS* wurde von Frank Porbeck und Dr. Andreas Wiesner vorgestellt. Es kann mit dem TLC-MS-Interface wahlweise mit einer ESI- oder APCI-Ionenquelle verbunden werden. Die Leistung wurde exemplarisch erprobt mit Isopropylthioxanthon (ITX) und Coffein. Die Arbeiten erfolgten in Zusammenarbeit mit der Forschungsgruppe von Prof. Dr. Gertrud Morlock, Justus Liebig Universität Giessen.

HPTLC-Analyse

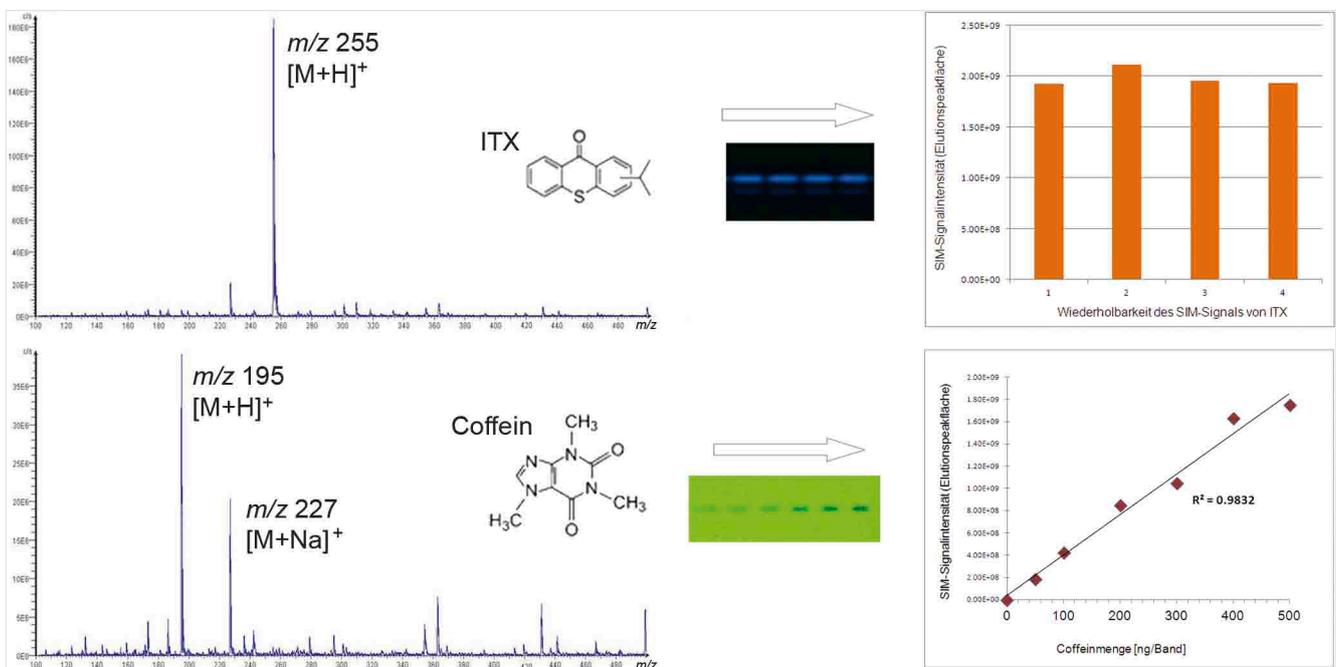
Schicht: HPTLC-Platte Kieselgel 60 F₂₅₄ (Merck), vorgewaschen mit Methanol – Wasser 4:1; Probenauflagen mit ATS 4 als 6 mm Band; Entwicklung mit Toluol – *n*-Hexan 4:1 für ITX bzw. Acetonitril mit 2.5 % Ammoniak für Coffein. Zur Kontrolle Auswertung mit TLC Scanner 4, Fluoreszenzmessung bei 366/>400 nm (ITX) bzw. Absorptionsmessung bei 275 nm (Coffein).

MS-Analyse

Elution mit dem TLC-MS-Interface (runder Elutionskopf) mit Methanol – Ammoniumformiat-Puffer (10 mM, pH 4) 19:1 mit einer Flussrate von 0.1 mL/min, online gekoppelt an das Massenspektrometer, Betrieb im ESI⁺-Modus für ausgewähltes Ionen-Monitoring (SIM) und Full-Scan.

Ergebnisse und Diskussion

Der analytische Response zeigte ein Bestimmtheitsmass (R^2) von 0,9966 (ITX, 5–100 ng/Band) und 0,9832 (Coffein, 50–500 ng/Band). Die Wiederholbarkeit (%RSD) betrug 3,9 % (ITX, 50 ng, $n = 4$) und 8,8 % (Coffein, 300 ng, $n = 6$). Aufgrund der guten Leistungsdaten ist ersichtlich, dass das kompakte Massenspektrometer konzentrationsabhängig (quantitativ) und verlässlich Masse-über-Ladung (m/z)-Signalintensitäten von HPTLC-Zonen wiedergibt. Als kompaktes MS wird es die Verbreitung der Massenspektrometrie in den DC/HPTLC-Labors unterstützen.



Wiederholbarkeit von ITX (oben) und analytischer Response von Coffein (unten), gemessen in Full-Scan (links, Massenspektrum) und SIM-Modus (rechts, SIM-Ionenspur)

Weitere Informationen auf Anfrage:

Prof. Dr. Gertrud Morlock, Justus Liebig University Giessen, Germany,
Gertrud.Morlock@ernaehrung.uni-giessen.de

*Advion, Kao Hockham Building, Harlow, Essex CM20 2NQ, UK