



Dünnschichtchromatographie-Massenspektrometrie

Der Einsatz einer neuentwickelten Vorrichtung zur Extraktion von DC-Spots ¹⁾

Heinrich Luftmann

Organisch-Chemisches Institut der Universität Münster, Corrensstraße 40, D-48149 Münster

Einführung

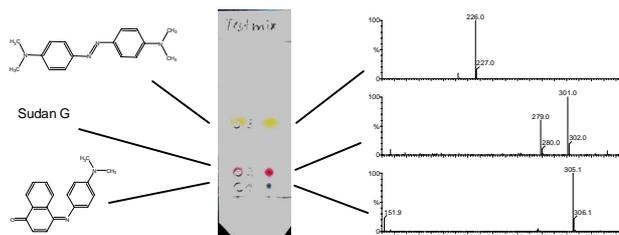
Die Dünnschichtchromatographie ist eine schnelle und preiswerte Trennmethode. Sie eignet sich sowohl für Einzel- als auch für Serienmessungen, weil sie ohne Aufwand parallelisierbar ist. Überwiegend findet sie für qualitative und halbquantitative Zwecke Verwendung.

Problematisch wird es, wenn die getrennten Substanzen präparativ gewonnen werden sollen, denn das gebräuchliche Verfahren, die Substanzflecken abzukratzen, in einen Filter zu geben und mit Lösungsmittel zu extrahieren ist langwierig, kontaminationsverdächtig und führt zu sehr verdünnten Eluaten. Die in der Literatur beschriebenen alternativen Verfahren sind ebenfalls recht unständiglich ²⁾.

Aus diesem Grund wurde eine einfache Apparatur entwickelt, die diese Aufgabe wesentlich besser löst.

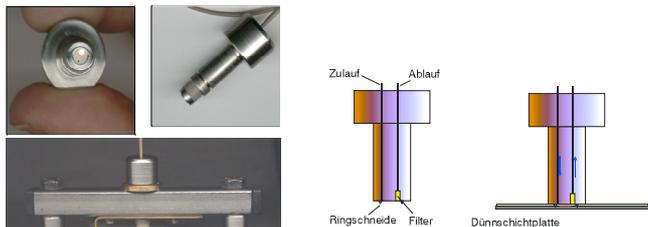
Trennung und DC-ESI-MS eines Farbstoffgemisches

Trennung eines Testgemisches (Merck) und ESI-Massenspektren der „online“ extrahierten Substanzen.



Funktionsweise des Extraktors

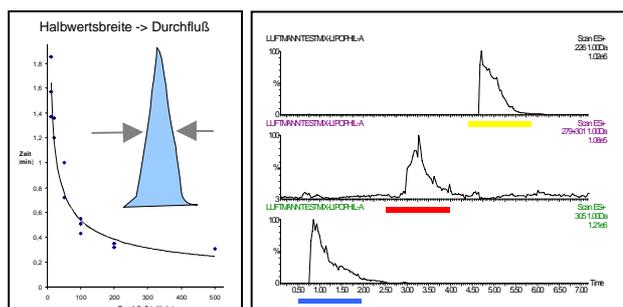
Auf den Substanzspot wird ein Stempel aufgesetzt, der mit seiner ringförmigen Schneide das Sorbens durchdringt und mit dem Untergrund einen flüssigkeitsdichten Abschluß bewirkt. Die in dieser Kammer eingeschlossene stationäre Phase kann nun durch einen Flüssigkeitsstrom extrahiert werden.



Der Stempel wird mit Hilfe einer Rahmenpresse auf die DC-Karte gedrückt.

Zeitlicher Ablauf der Extraktion

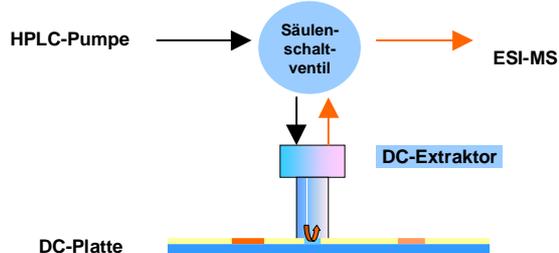
Die Extraktionsgeschwindigkeit ist vom Durchfluß abhängig.



Unter Standardbedingungen ist die Extraktion in weniger als einer Minute beendet.

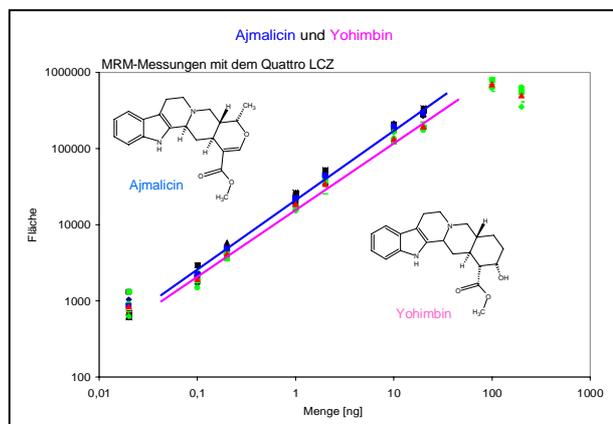
Verbindung mit dem Elektrospray-MS

Mit einer HPLC-Pumpe wird ein Lösungsmittelstrom von 0.01-0.5 ml/min durch ein Säulenschaltventil zum ESI-MS geleitet. Ist der Stempel auf den Spot gesetzt, wird er mit dem Ventil in den Strom eingeschleift.



Quantitative Eigenschaften

Extraktion eines 1:1 Alkaloidgemisches: SD der Flächenverhältnisse 5%.



Messungen J. Ochsmann

Zusammenfassung, Anmerkungen und Literatur

Der Extraktor ist ein sehr hilfreiches Werkzeug zur Gewinnung dünnschichtchromatographisch getrennter Substanzen. Die Verbindung mit einem ESI-MS ist nur eine seiner vielen Einsatzmöglichkeiten. Andere sind: DC-DAD, Mikropräparation, DC als Vortrennung zur HPLC, u.s.w.

[1] Patent angemeldet.

[2] I.D. Wilson, *J. Chromatog. A*, **856(1-2)**, 429-442 (1999).