

## CAMAG TLC MS-Interface

### 薄层色谱质谱接口仪



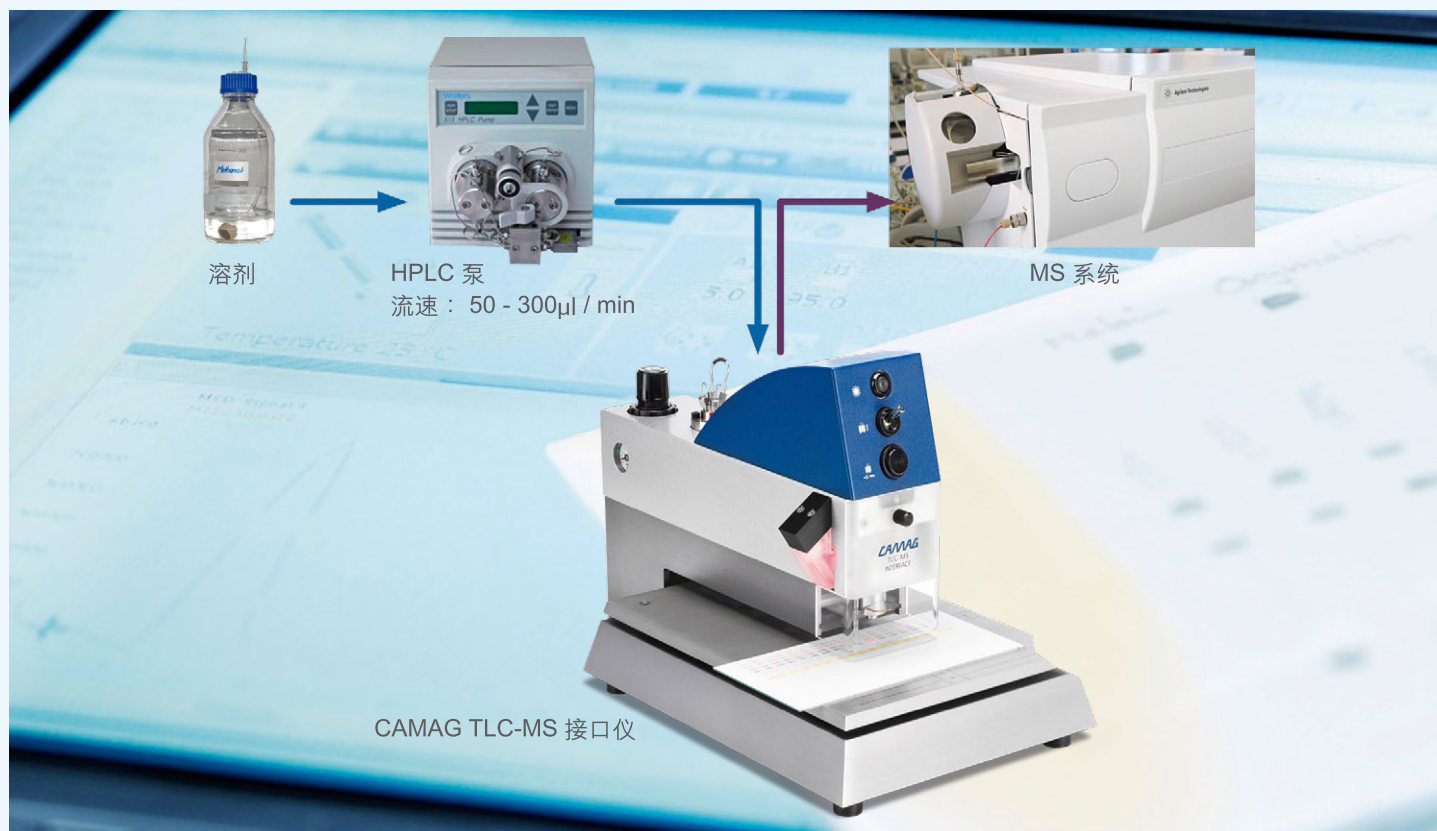
## TLC-HPTLC 与 MS 联用 鉴定及解析未知成分

CAMAG TLC-MS 接口仪是个通用型接口，可快速而无污染地直接从 TLC / HPTLC 板上提取样品并在线传输到质谱仪器进行检测。相比过去人们把未知成分从板上刮取下来、洗脱到试管、再传送到质谱中的做法，使用 TLC-MS 接口仪会更简便、可靠，工作效率大大提高。

#### 特点

- 快速、无污染地从薄层板上洗脱目标成分
- 在线洗脱后直接传送样品到质谱
- 可离线收集洗脱液，令洗脱效率提高
- 可方便地连接到各类液质系统而不影响原系统工作
- 适合各类型的分析测试，如 NMR、(ATR)-FTIR、EI-MS、MALDI
- 溶剂消耗少

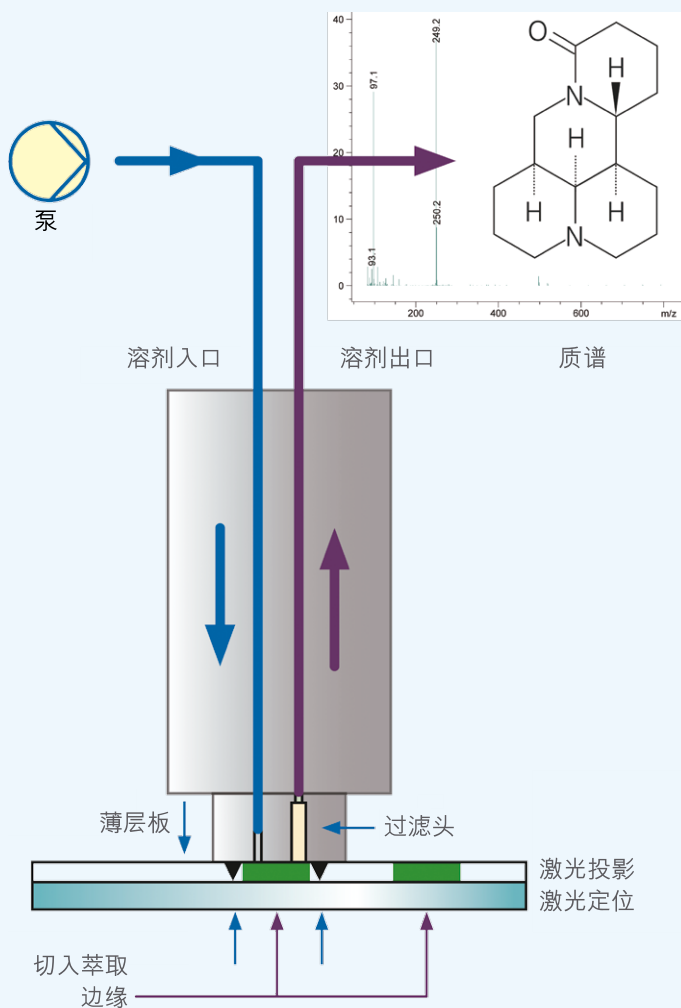
### 工作原理



## 工作原理

### TLC-MS 处于「萃取」状态

当萃取头下压，溶剂流经萃取头并洗脱待测成分(洗脱位置由激光十字定位)。洗脱液会经过滤头和毛细管，再连接到质谱系统中。当萃取头处于「旁路」位置时，会直接注入质谱系统进行检测及分析。



## 应用实例

1

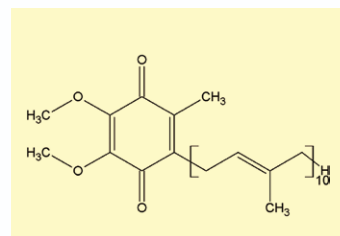
### HPTLC-MS 联用鉴定化妆品中的辅酶 Q10



萃取 Q10 后的图谱：利用 HPTLC 法分离 (色谱截取) Q10 标准品 (R6 - R8) 和 2 个化妆品样本 (S3、S4)

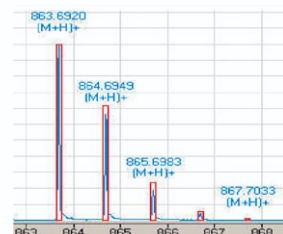
维生素类似物辅酶 Q10 (泛醌) 是人体细胞的天然组成部分，具有抗氧化和保护皮肤免受有害自由基攻击。

Q10 是许多化妆品诸如乳霜、化妆水和发胶中的一种成分，其复杂混合物中的 Q10 可通过 HPTLC 分离后再由 MS 鉴定结构。



辅酶 Q10 (泛醌)：C<sub>59</sub>H<sub>90</sub>O<sub>4</sub>，  
同位素分子量 863.6912 Da

HPTLC-MS 接口联用  
Agilent TOF 6210



由 TLC-MS 接口仪萃取  
HPTLC 板的 Q10 洗脱  
区域所得到的 TOF 质谱

### C<sub>59</sub>H<sub>90</sub>O<sub>4</sub> 分子量确定和结构解析

Best	Name	Formula	Score	Mass
		C <sub>59</sub> H <sub>90</sub> O <sub>4</sub>	97.55	862.6946
Species	Ion Formula	m/z	Height	Score (MFG)
[M+H] <sup>+</sup>		863.6912	219750.4	
m/z	m/z [Calc]	Diff (ppm)	Diff (mDa)	Height
863.692	863.6912	-0.92	-0.8	219817.4
864.6949	864.6946	-0.36	-0.3	132533.6
865.6983	865.6979	-0.51	-0.4	37718.5

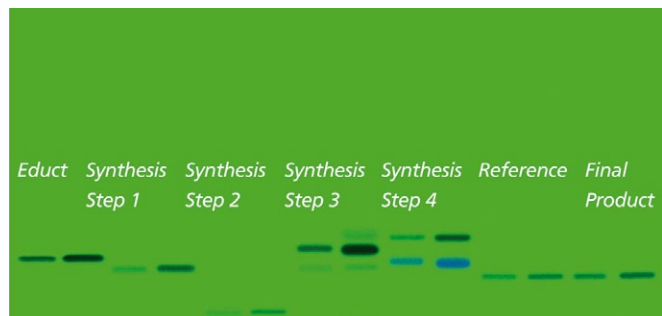
计算值与测量值的相关度：偏差 < 2ppm (此样本为 0.92ppm)

## 结论

薄层色谱全自动多级展开系统 — AMD 2 联合使用 TLC-MS 接口仪，有效分离和鉴别复杂化妆品中的辅酶 Q10，方法简便、快速。

2

HPTLC-MS 快速检测合成产物

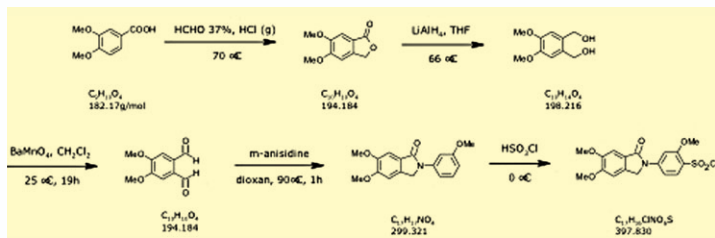


HPTLC 分离析出物、4 个中间体及 DMS-Cl 产物，每个样品点样 2 次 (左 1 μl、右 5 μl)。

1、2、3、4-四羟基异喹啉 (TIQs) 是治疗与帕金森病有关的成分。

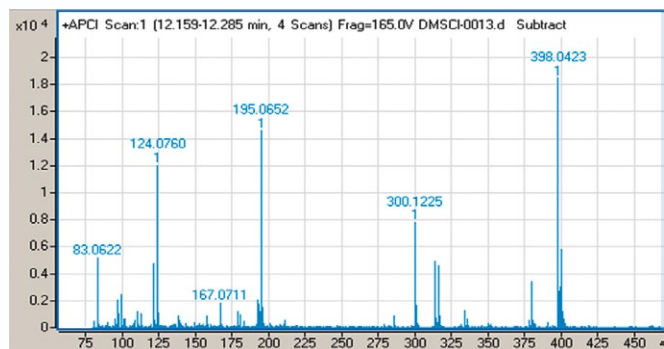
最近发现一种非常灵敏的特征衍生化试剂：4-(5、6-二甲氧基-2-phthalimidinyl)-2-甲氧基-苯磺酰氯 (DMS-Cl)，它与 TIQs 在定量反应下可产生磺胺荧光，然后进行 HPLC 分析。由于 DMS-Cl 未被商品化，因此我们在瑞士西北大学应用科学专业的学生项目中试图合成 DMS-Cl，并用 HPTLC 和 MS 阐述整个过程。

DMS-Cl 合成

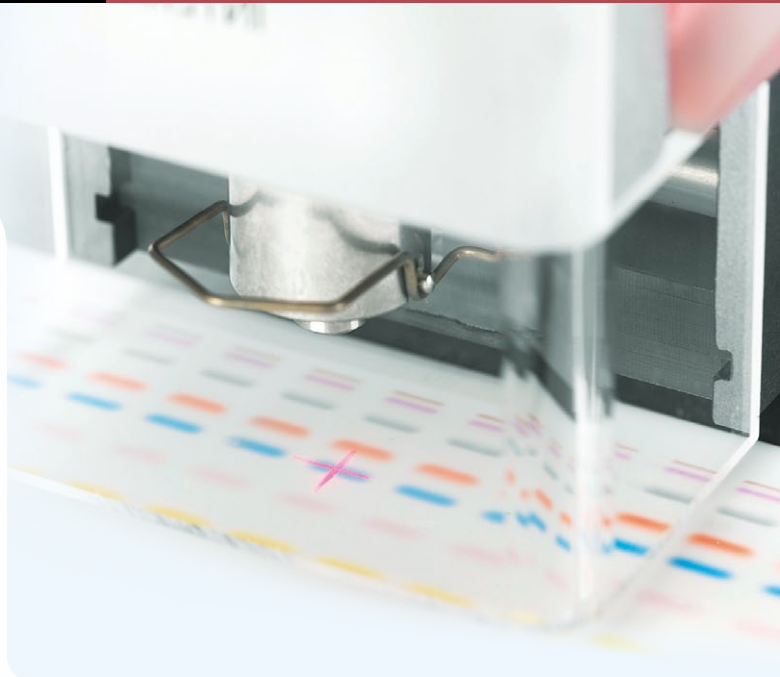


所有合成步骤会由 HPTLC 分离，并传输到 MS 进行分子量检测

HPTLC-MS 接口与 Agilent TOF 6210 联用



TLC-MS 接口仪萃取 HPTLC 板上合成产物区域后所得到的 TOF 光谱

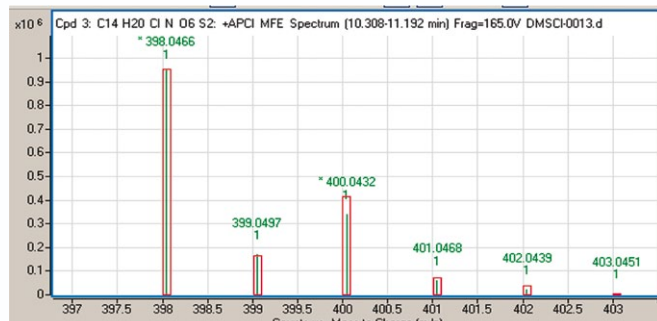


Compound Identification Results: Cpd 3: C17H16ON O6 S

Formula	Score	Mass	Mass (MF0)	Diff (ppm)	Diff (eV)	Score (MF0)	Cpd ID	Notes
C17H16ON O6 S	97.19	397.0893	397.0897	-1.95	-0.62	97.19		
Scores								
Ion Formula	Score	Mass (u/z)	Height	Score (MF0)	Score (MF0, MF1)	Score (MF0, MF2)	Score (MF0, MF3)	Score (MF0, MF4)
[M+H] <sup>+</sup>	C17H17ON O6 S	398.046	953733.2	97.19	97.19	97.9	95.2	98.16
Isotopes								
Isotope	Score	Mass (u/z)	Height	Height (Calc)	Height (Exp)	Height (Calc)	Height (Exp)	Height (Calc)
296.0456	396.046	-1.85	-0.7	952723.2	90547.6	100	100	61.7
399.0497	399.0491	-1.46	-0.6	161946.6	191198.2	17.6	20	10.8
400.0432	400.0435	0.75	0.3	339606.1	365223.5	35.6	39.6	22
401.0468	401.0464	-0.97	-0.4	66076.6	69015.6	6.4	7.6	3.9
402.0439	402.0432	-1.77	-0.7	19440.5	23673.4	2	2.6	1.3
403.0451	403.045	-0.29	-0.1	3547.6	3712	0.4	0.4	0.2
404.0449	404.045	2.71	1.1	157.4	933.7	0	0.1	0

计算与测量的相关度：偏差 < 2ppm

由计算和测量同位素比率中优异的相关性来确认结构。



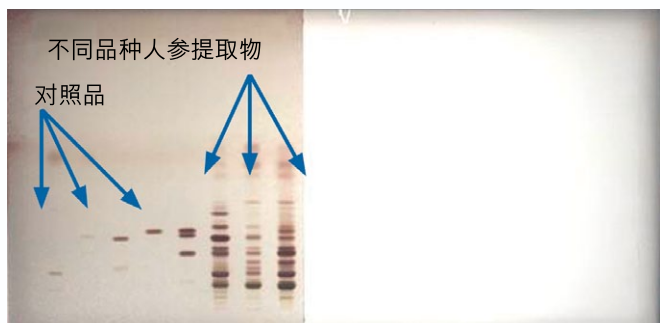
计算结果与测量结果的同位数比率

结论

TLC-MS 接口仪提供了一个快速、简便的解决方案。通过 HPTLC 分离析出物、4 个中间体和合成物，并经 TOF-MS 确定分子量及最佳的可能结构。

### 3 HPTLC 法分离及鉴定人参提取物中的人参皂苷

#### 人参提取物和标准品的 HPTLC 图谱



在硫酸甲醇溶液显色后作白光下检视

在未经显色的相同轨道下，利用 TLC-MS 接口萃取后，再经 MS 鉴定

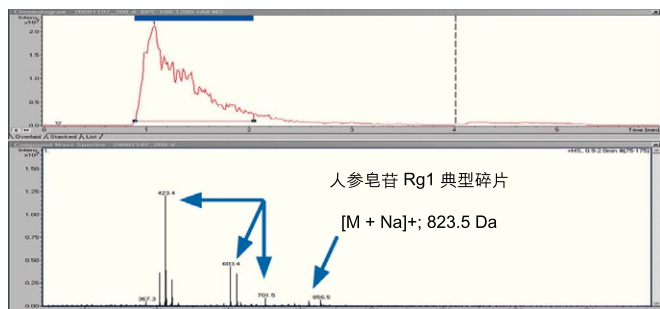
人参属五加科植物，产地位于北美东部、中国东北和韩国。

#### 质谱

以 TLC-MS 接口仪圆形萃取头 (直径 4mm) 萃取，连接 Agilent Quadrupol 6140 质谱系统，以 (±) APCI 模式及流速 0.2ml/min，萃取溶剂乙腈-水 95:5 (0.1% 甲酸)。

#### 结论

使用 TLC-MS 接口仪，快速鉴定人参提取物中的典型化合物，如人参皂苷 Rg1 和 F11。



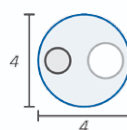
上图：成分萃取区域 (TIC)

下图：质谱鉴定 Rg1 (与参比样品 MS 图谱相同)

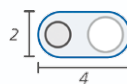
### 技术参数

尺寸 (长x宽x高)	408mm x 203mm x 275mm (净重 11kg)
激光定位	激光：5mW，类别 2M，两节电池供电 (1.5 V，AA 或 LR6) 操作时间：长达 100小时
材质	萃取头：采用耐氧化不锈钢，抗常用溶剂 过滤头：带 PCTFE 环的 2μm 不锈钢

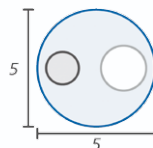
#### 萃取头



圆形萃取头，直径 4mm，适用薄层厚度高达 300μm



椭圆形萃取头，4x2mm，适用薄层厚度高达 300μm



圆形萃取头，直径 5mm，适用薄层厚度高达 500μm (制备薄层色谱)