

Club de Chromatographie sur Couche Mince

14^{ème} année _ 24^{ème} réunion



Atelier HPTLC-SM

Pierre Bernard-Savary, Club de CCM, info@hptlc.com +33 676 29 32 81

Atelier HPTLC-SM



Introduction

Contributions des utilisateurs

Discussions sur les problématiques rencontrées et les solutions possibles

Conclusions

Atelier HPTLC-SM



Les différentes solutions

L'interface par élution

principe

fonctionnement

résultats

limitations



Autres solutions

Tous les couplages avec l'HPTLC...



Journal of Chromatography A, 1217 (2010) 6600–6609

Contents lists available at ScienceDirect

 **Journal of Chromatography A** 

journal homepage: www.elsevier.com/locate/chroma

Review

Hyphenations in planar chromatography

Gertrud Morlock*, Wolfgang Schwack

University of Hohenheim, Institute of Food Chemistry, Garbenstrasse 28, 70599 Stuttgart, Germany

- HPTLC-UV/Vis/FLD-MS [13,14],
- HPTLC-UV/Vis/FLD-bioactivity-HRMS [15],
- HPTLC-UV-FTIR [16,17],
- HPTLC-UV/Vis/FLD-FTIR ATR [18],
- TLC-Vis-SERS [12].

ARTICLE INFO

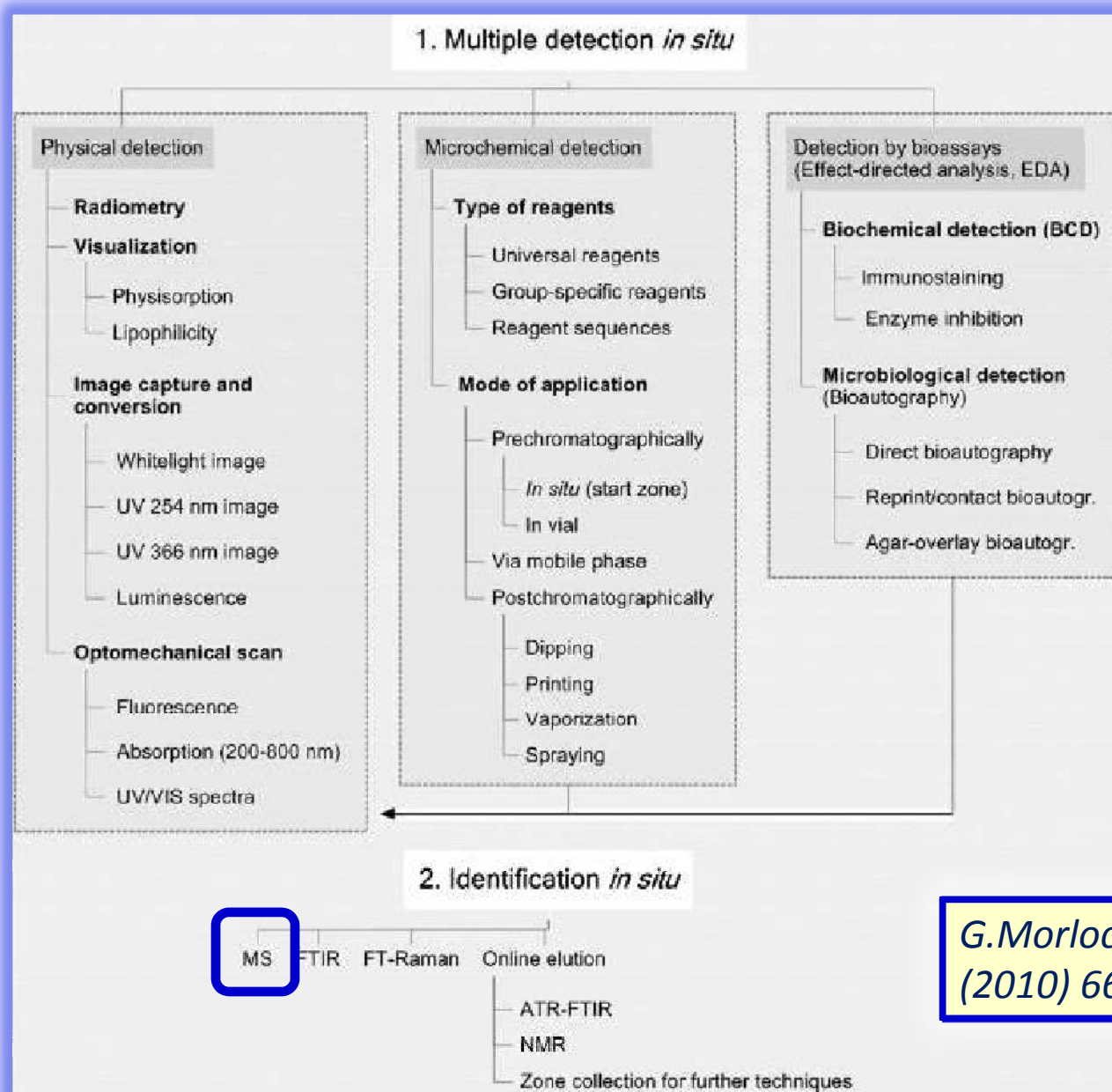
Article history:
Available online 20 May 2010

Keywords:
Mass spectrometry
High-performance thin-layer chromatography
Effect-directed analysis
Bioassays

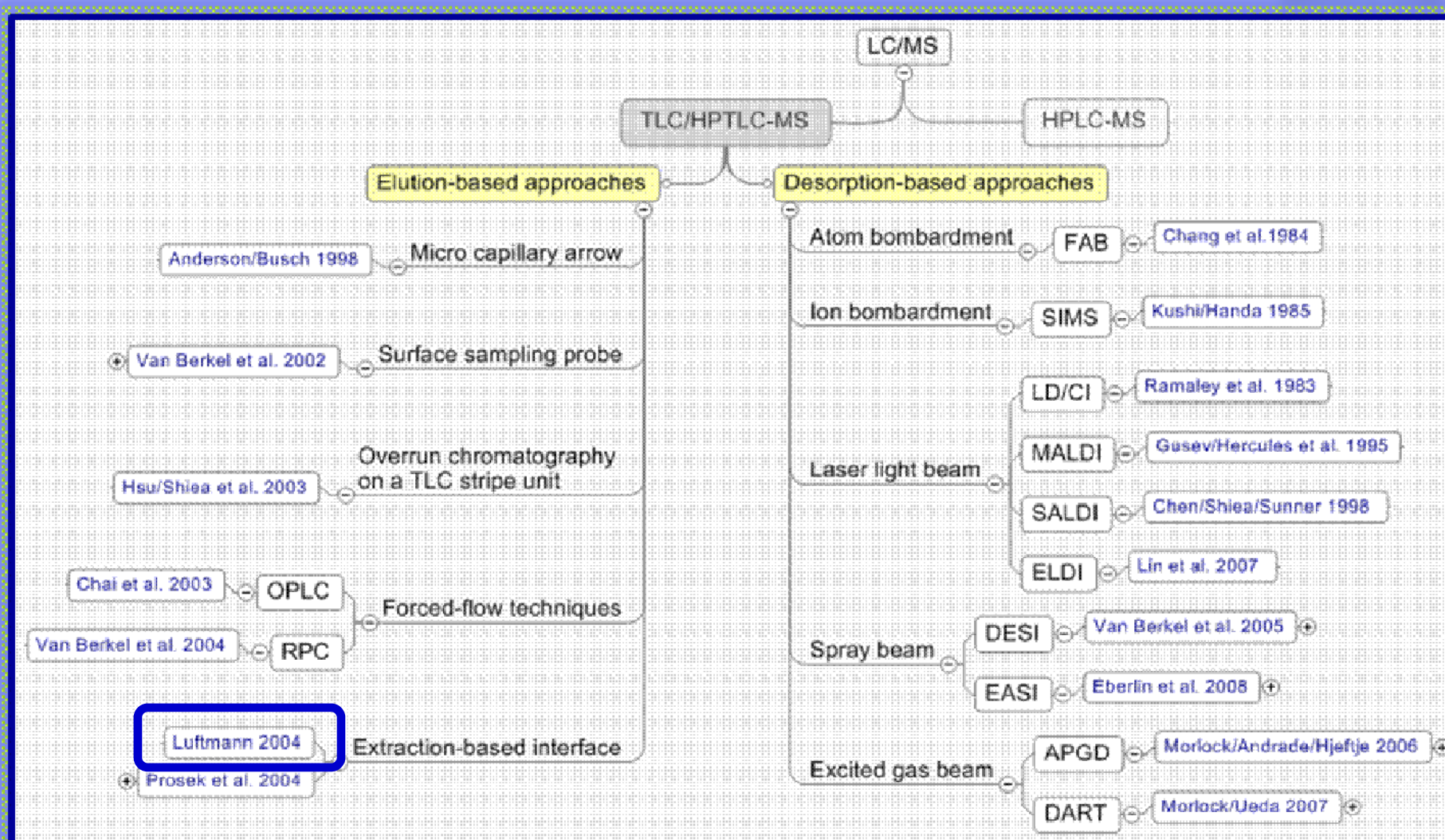
ABSTRACT

This review is focused on planar chromatography and especially on its most important subcategory high-performance thin-layer chromatography (HPTLC). The image-giving format of the open, planar stationary phase and the post-chromatographic evaporation of the mobile phase ease the performance of various kinds of hyphenations and even super-hyphenations. Examples in the field of natural product search, food and lipid analysis are demonstrated, which point out the hyphenation with effect-directed analysis (EDA) and mass spectrometry and illustrate the efficiency gain. Depending on the task at hand, hyphenations can readily be selected as required to reach the relevant information about the sample, and at the same time, information is obtained for many samples in parallel. The flexibility and the unrivalled features through the plate format valuably assist conventional scientists.

“the main difference is : with HPLC, after separation, samples go to the waste; with HPTLC, after separation, samples remain on the dried plate” (G.Morlock, HPTLC’11)

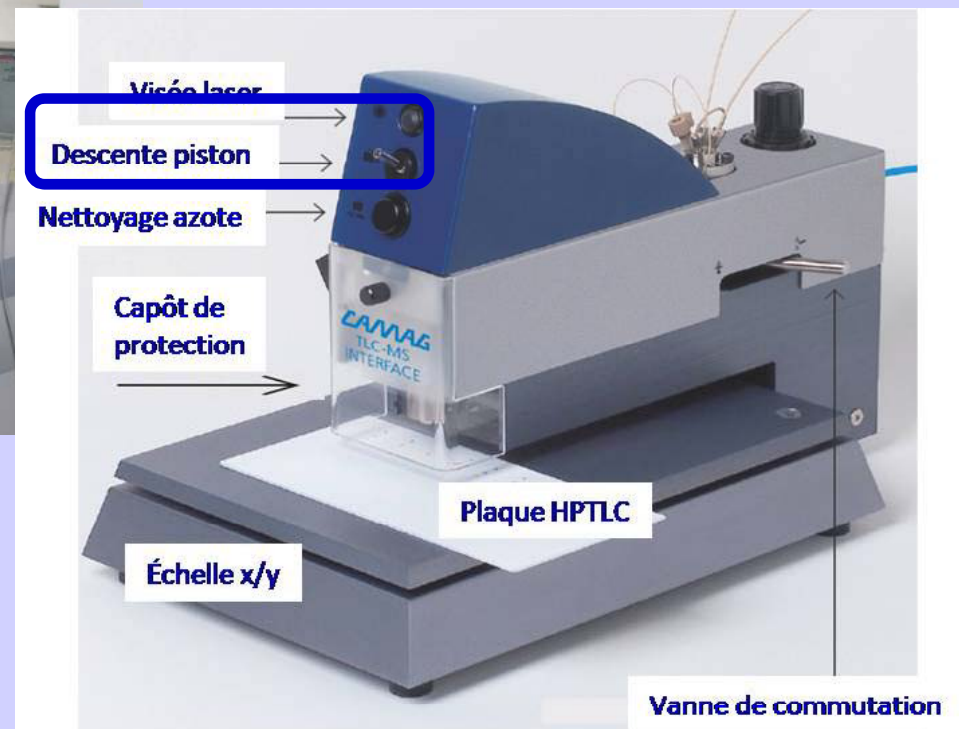


G.Morlock, JCA 1217
(2010) 6600-6609



G.Morlock, Analytica 2008 "Separations in a 3/8 time (3/8 min) with 300 μ L as dancing partner or 1000 runs per day"

Interface d'élution HPTLC-MS

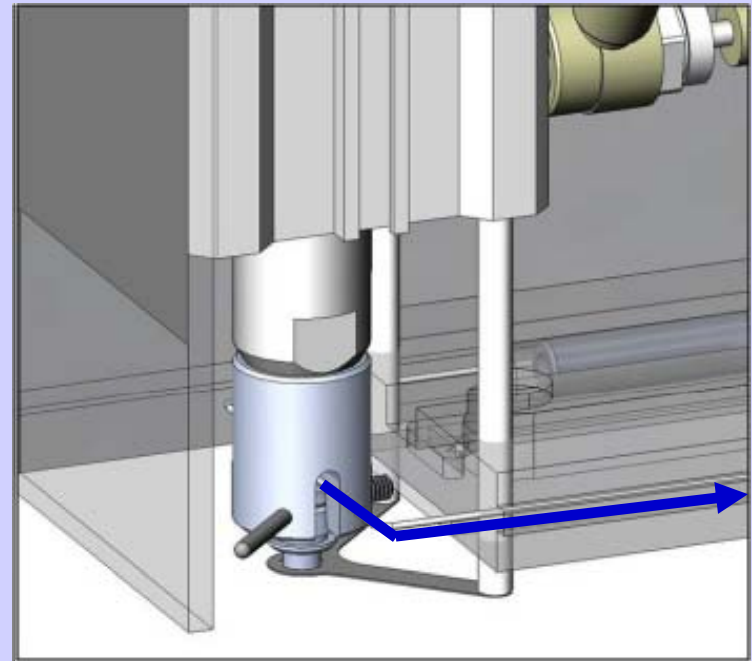


L'interface se connecte entre l'HPLC et le spectromètre de masse (n'importe quel fabricant), à la place, ou avant la colonne.

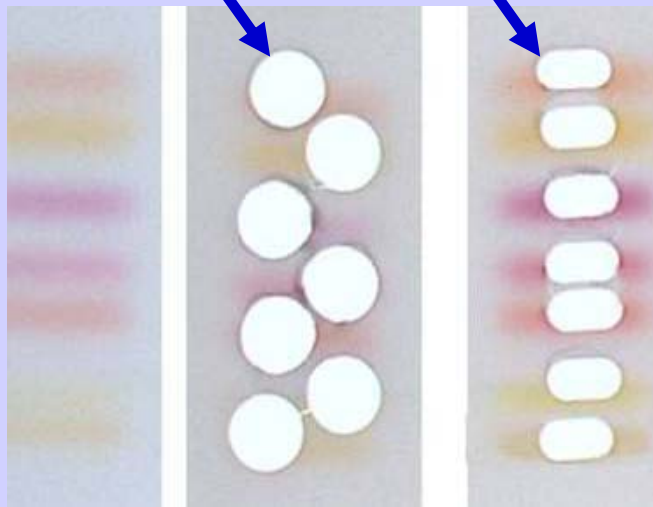
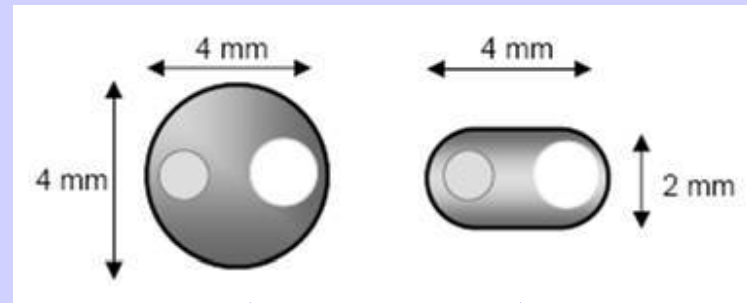
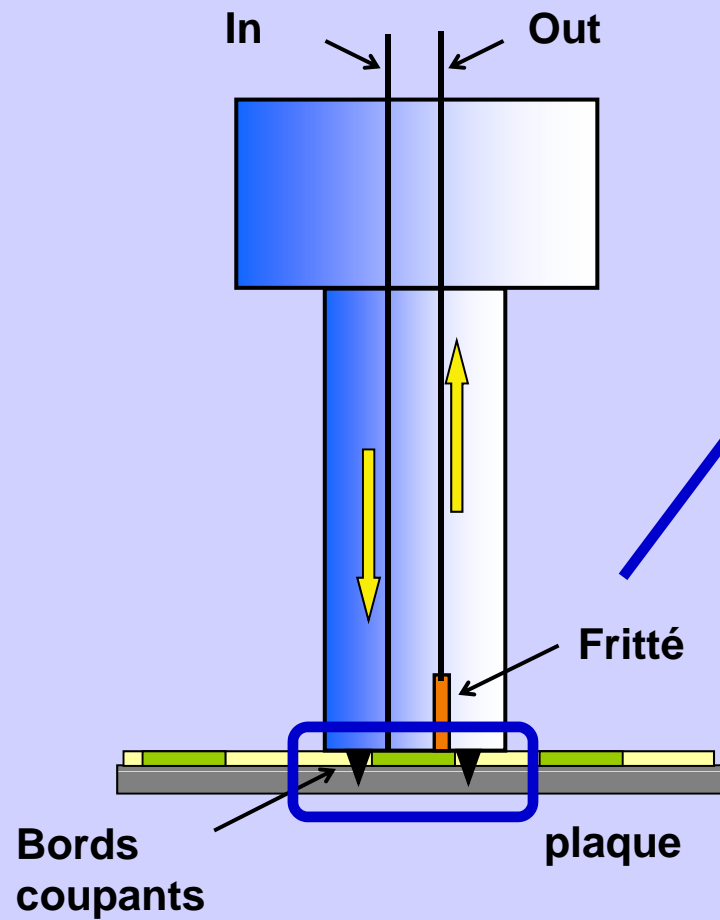
Etapes de l'élution



- positionnement de la plaque
- descente du piston
- basculement de la vanne 6 voies (by-pass -> élution)
- retour de la vanne en by-pass
- remontée du piston
- nettoyage par aspiration
- (nettoyage par back-flush)



Principe du piston (brevet)



Avantages



- universel (toutes marques)
- sensible (l'ensemble du spot 2x4 mm ou 4mm dia.)
- rapide (une minute environ)
- simple et fiable (seulement N2)
- couplage on-line MS et off-line collection de fraction

Inconvénients



- précision de la localisation du spot
- élution ou pas en fonction du Rf
- doit être fait avant la révélation (duplication)
- déclenchement manuel/interfaçage avec logiciel de SM

Maintenance et précautions



- retrait de l'excès de silice par aspiration (N₂); prévoir le nettoyage + graissage du tiroir si il se bloque.
- protection de la source par fritté IDEX en ligne (Upchurch 0.5 ou 2 μm)
- rinçage par backflush manuel par déconnexion reconnexion ou semi-automatisé par seconde vanne 4 voies en série (éventuellement automatisée)

Pourquoi cela ne fonctionne pas ?



Le produit n'est soit pas élué soit pas détecté

1 pas élué : deux cas possibles

- si le R_f est trop bas il se peut que le solvant ne soit pas assez éluant. Ceci est assez rare compte tenu des solvants utilisés habituellement (MeOH ou ACN + eau + acide) très éluant.

- le système de prélèvement est (partiellement) bouché et on voit une auréole de solvant sous le piston

2 pas détecté : voir le risque de difficulté d'ionisation, ou la limite de détection, ...

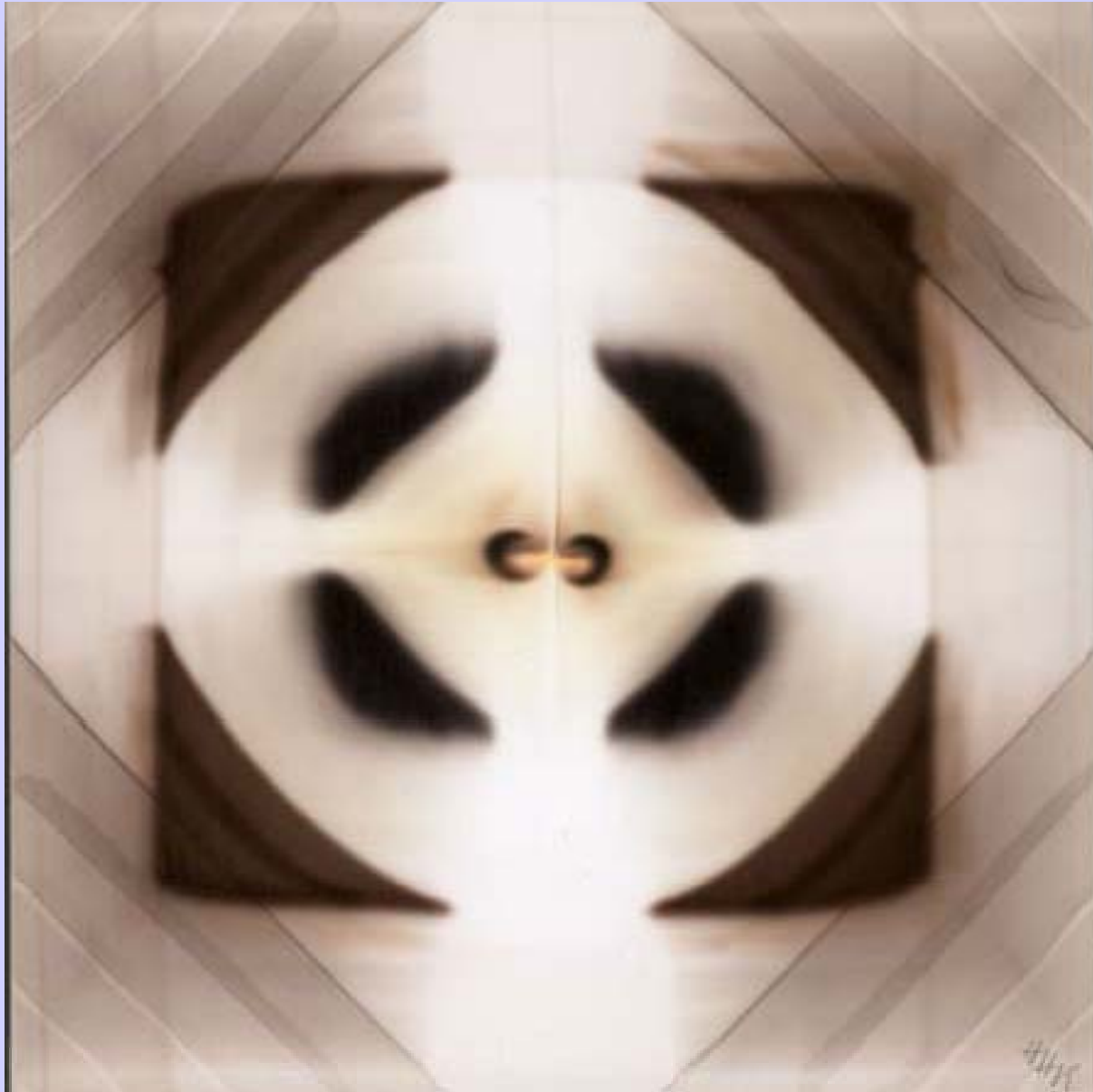
Et maintenant... la suite



Contributions des utilisateurs ...

Discussions sur les problématiques
rencontrées et les solutions possibles

Conclusions



"Chromart" by Herbert Halpaap in 1986-1987