

Anwendung der Kombination von verschiedenen Detektionsmöglichkeiten zum Screening in der Planarchromatographie

Stefan C. Weiß^{1,2}, Wolfgang Schulz² und Walter H. Weber²

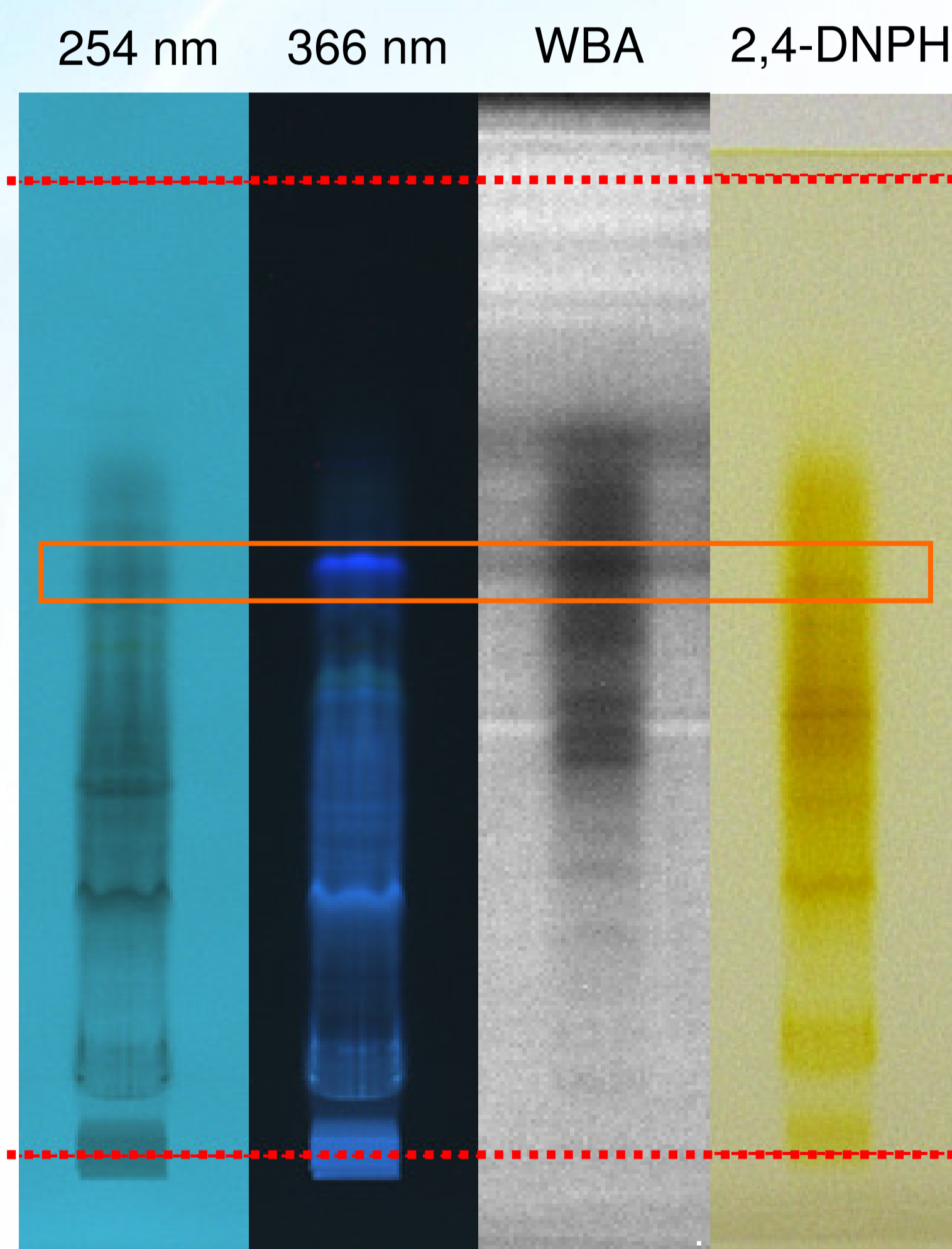
¹ Universität Lüneburg, Fakultät Umwelt und Technik, ² Zweckverband Landeswasserversorgung

Einführung

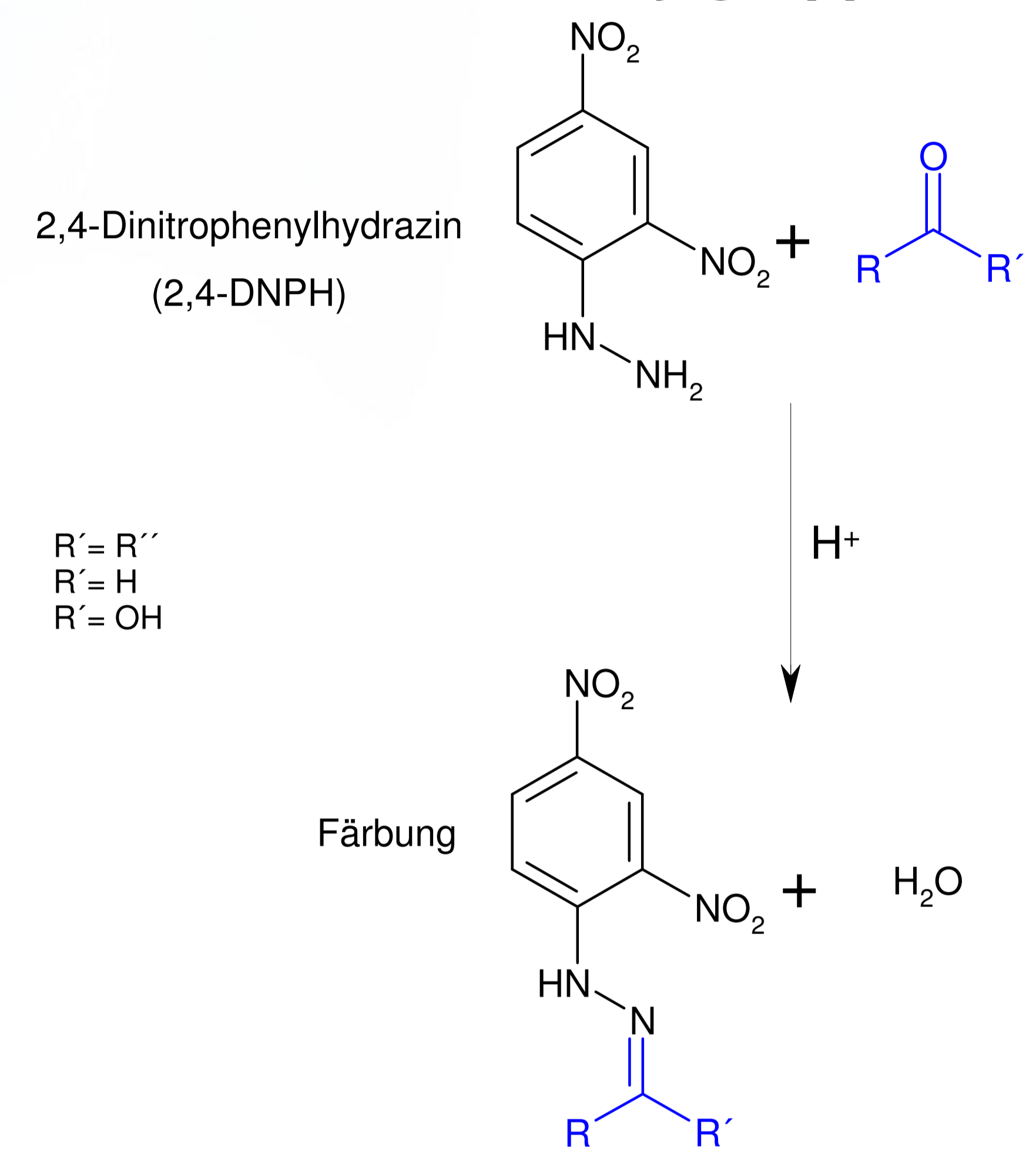
Bisher unbekannte Substanzen oder Abbauprodukte können bei einem Screening mit der Planarchromatographie (Thin-Layer Chromatography, TLC) erfasst werden. Da es sich bei der TLC um ein offenes Chromatographiesystem handelt, lassen sich die getrennten Substanzen anhand ihrer verschiedenen Eigenschaften auf der TLC-Platte detektieren. Neben der Messung der UV-Absorption können die Substanzen entsprechend ihrer funktionellen Gruppen derivatisiert werden. Auch ist es möglich, Verbindungen wirkungsbezogen zu analysieren (Wirkungsbezogene Analytik, WBA). So erfolgt nach dem Tauchen der Platten in eine *Vibrio fischeri*-Suspension die Beobachtung der Hemmung der Biolumineszenz. Es ist möglich, einzelne Banden, die von Interesse sind, zu extrahieren und mittels Massenspektrometrie (MS) zu untersuchen.

Screening von Autobahnabwasser (A8)

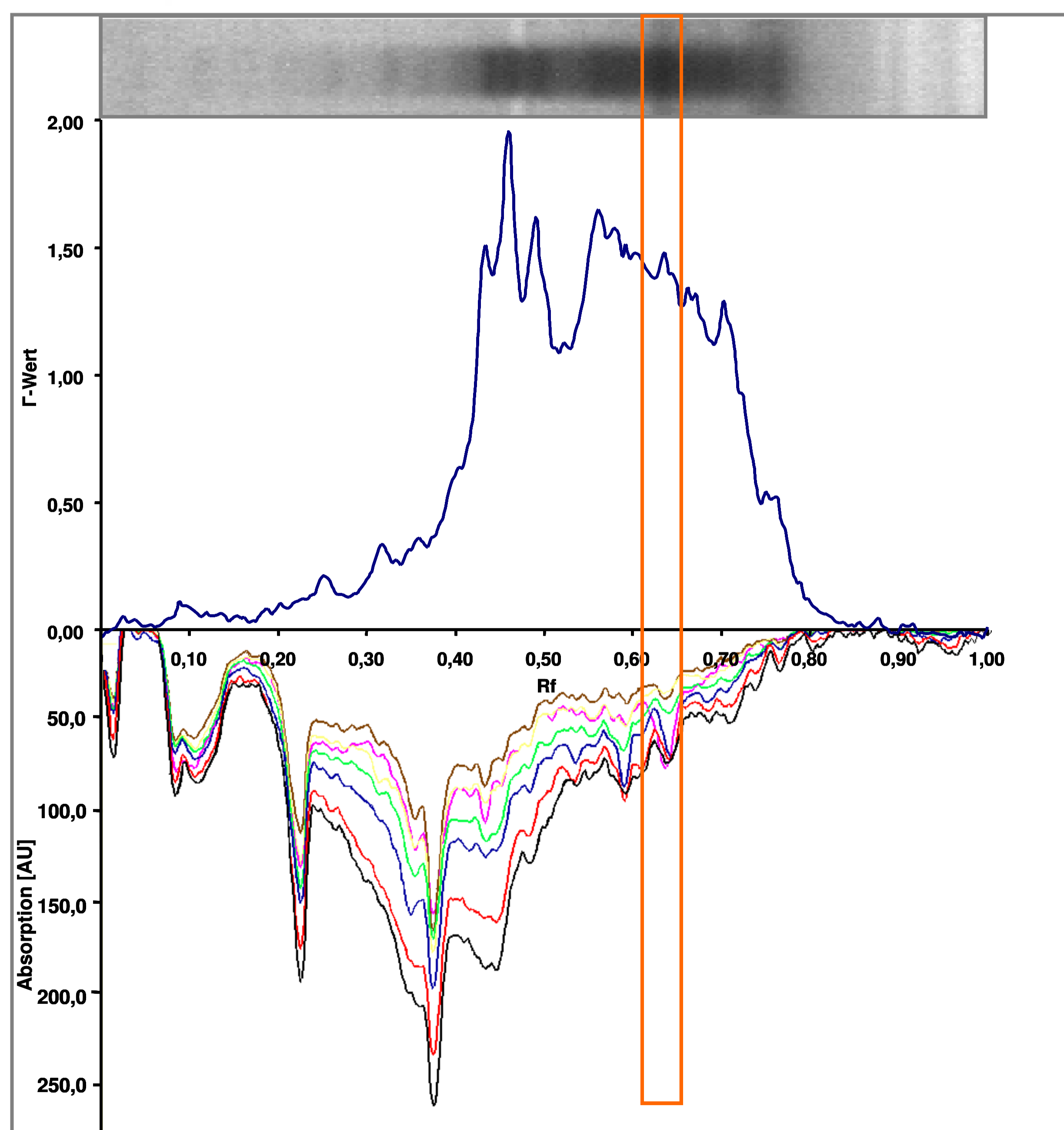
Potentiell umweltrelevante Verbindungen werden unter anderem über Autobahnabwasser in die aquatische Umwelt eingetragen. Abwasserproben aus einem Regenrückhaltebecken wurden mittels eines TLC-Screenings untersucht. Die Proben wurden per Festphasenextraktion bei pH = 7 angereichert, auf die TLC-Platte aufgetragen und mit einem mehrstufigen Gradienten bestehend aus Methanol, Dichlormethan und n-Hexan entwickelt.



Nachweis von Carbonylgruppen

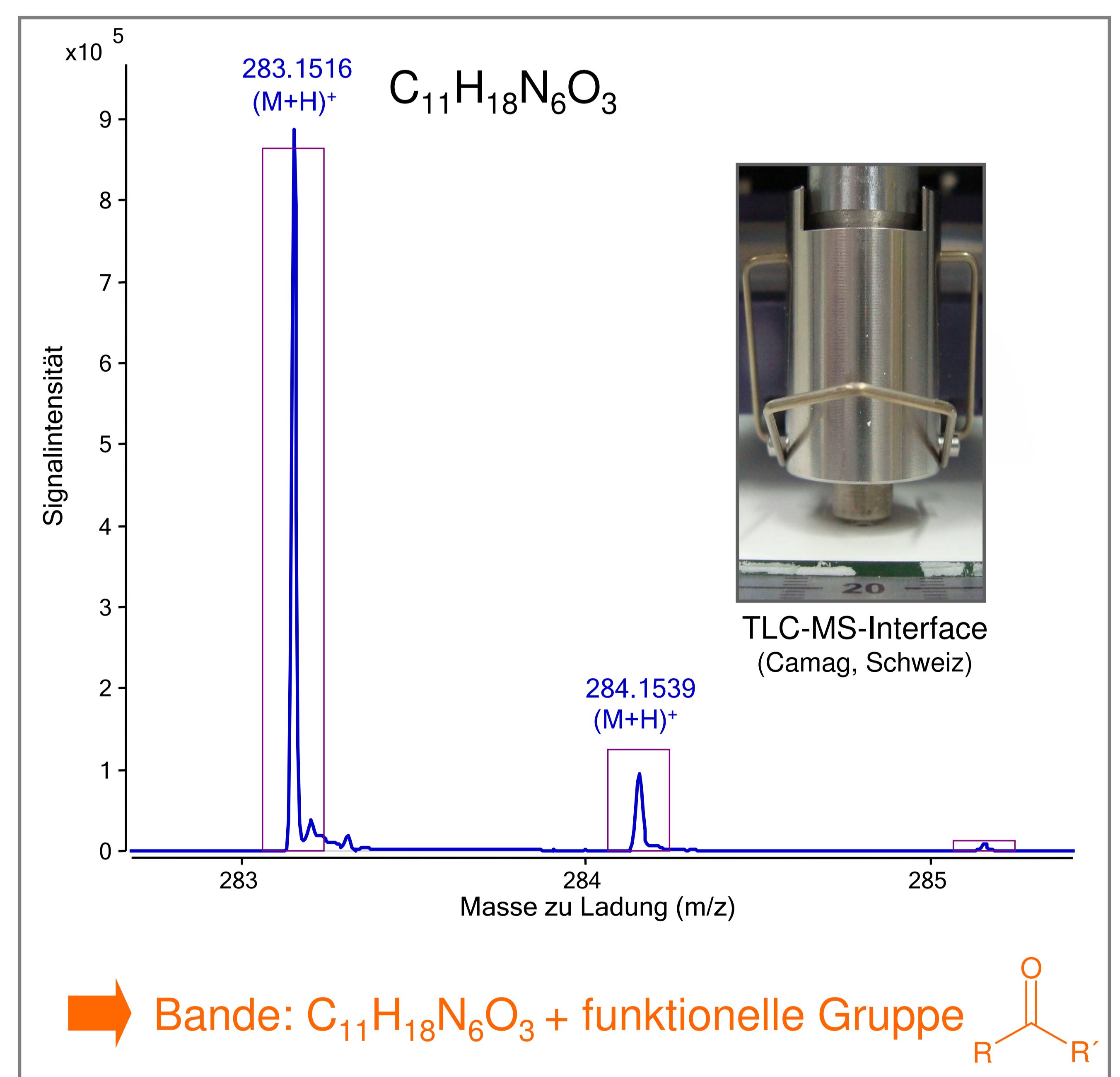


Vergleich UV-Absorption - Hemmung



Die Stärke der Hemmung der Biolumineszenz von *Vibrio fischeri* wird durch den Γ -Wert wiedergegeben. Der Vergleich zwischen dem Γ -Wert-Chromatogramm und dem Mehrwellenlängen-Absorptionschromatogramm zeigt, dass durch die Kombination der Detektionsweisen unterschiedliche Substanzen erkannt werden können. Zudem liefert die Hemmung einen Hinweis auf die Bioaktivität.

Extraktion einer Bande



Zur weiteren Untersuchung wird eine Bande des Chromatogramms mit Hilfe des ein TLC-MS Interface extrahiert und einem Time-of-Flight-MS zugeführt. Anhand der Messung der exakten Masse kann der Verbindung eine Summenformel zugeordnet werden. Durch die Kombination der unterschiedlichen Detektionsmöglichkeiten ist die TLC ein wichtiges Hilfsmittel für die Identifikation von unbekannt Substanzen.