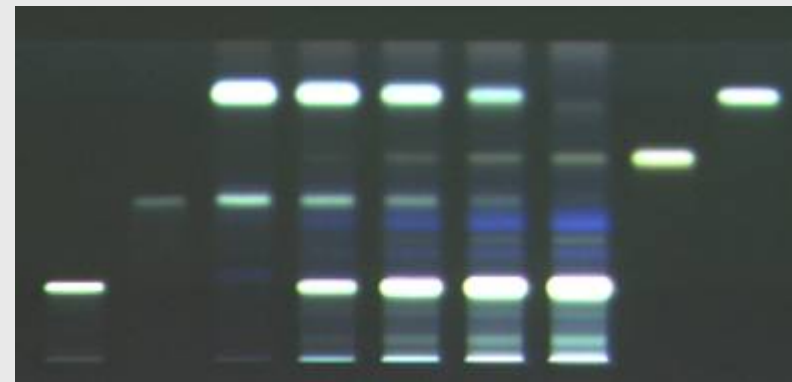


Optimale und reproduzierbare DC-Trennungen

durch standardisierte Methodik

Eike Reich

CAMAG Laboratory
Sonnenmattstrasse 11
4132 Muttenz / Switzerland



HPTLC ist in !

DC ist out!!!

Was ist HPTLC?

High Performance Thin-Layer Chromatography

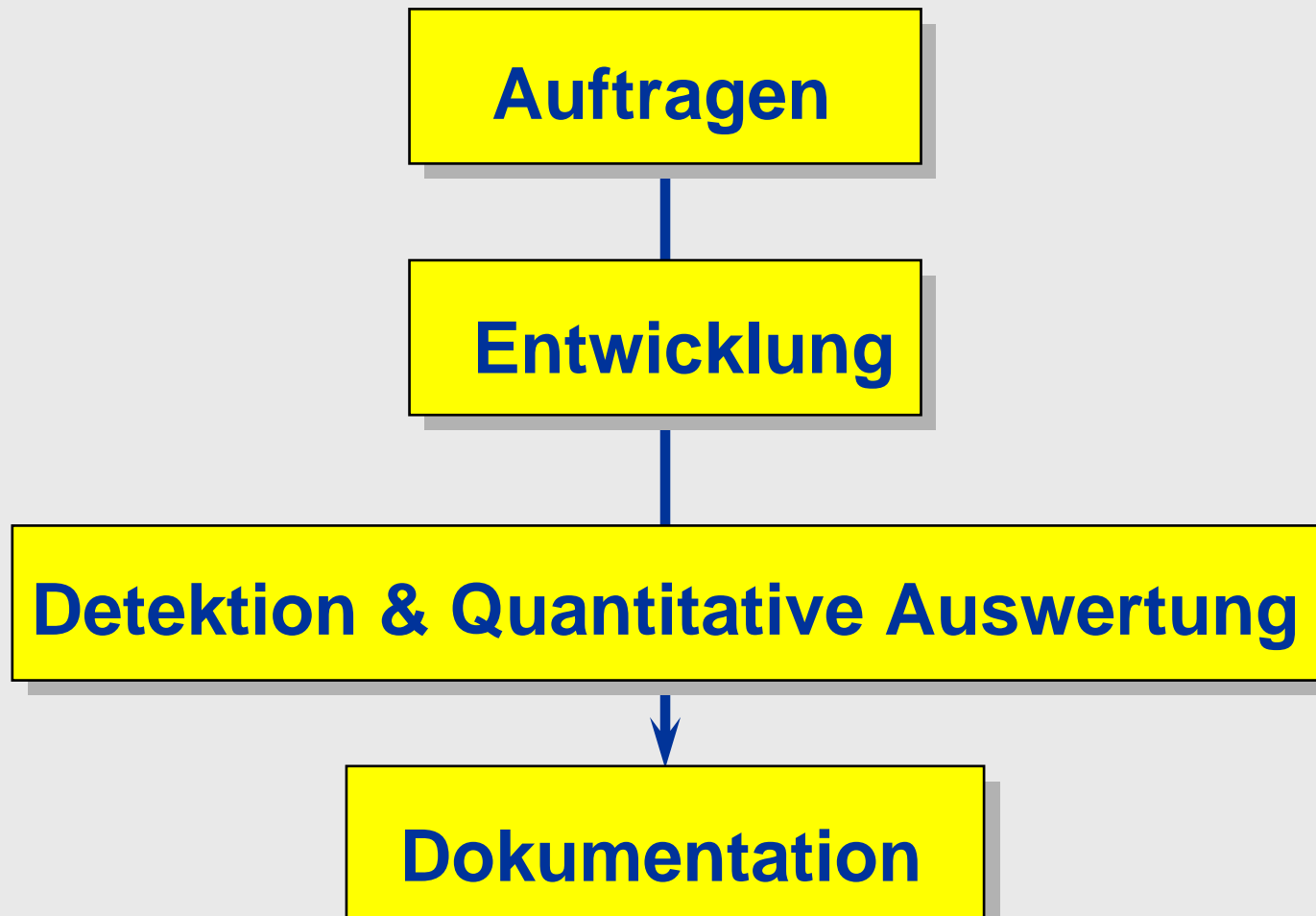
- ▶ DC für das 21. Jahrhundert

Schlüssel-Elemente:

- ▶ Instrumente für jeden Schritt
 - ▶ Standardisierte Methodik
 - ▶ Validierte Methoden
 - ▶ cGMP konform
- „Plug and play“



HPTLC schematisch



Brauchen wir Standardisierung?

Lab A



Lab B



Identifizierung von Pfefferminz- und Spearmintöl, Ph.Eur.5

6

DC oder HPTLC?

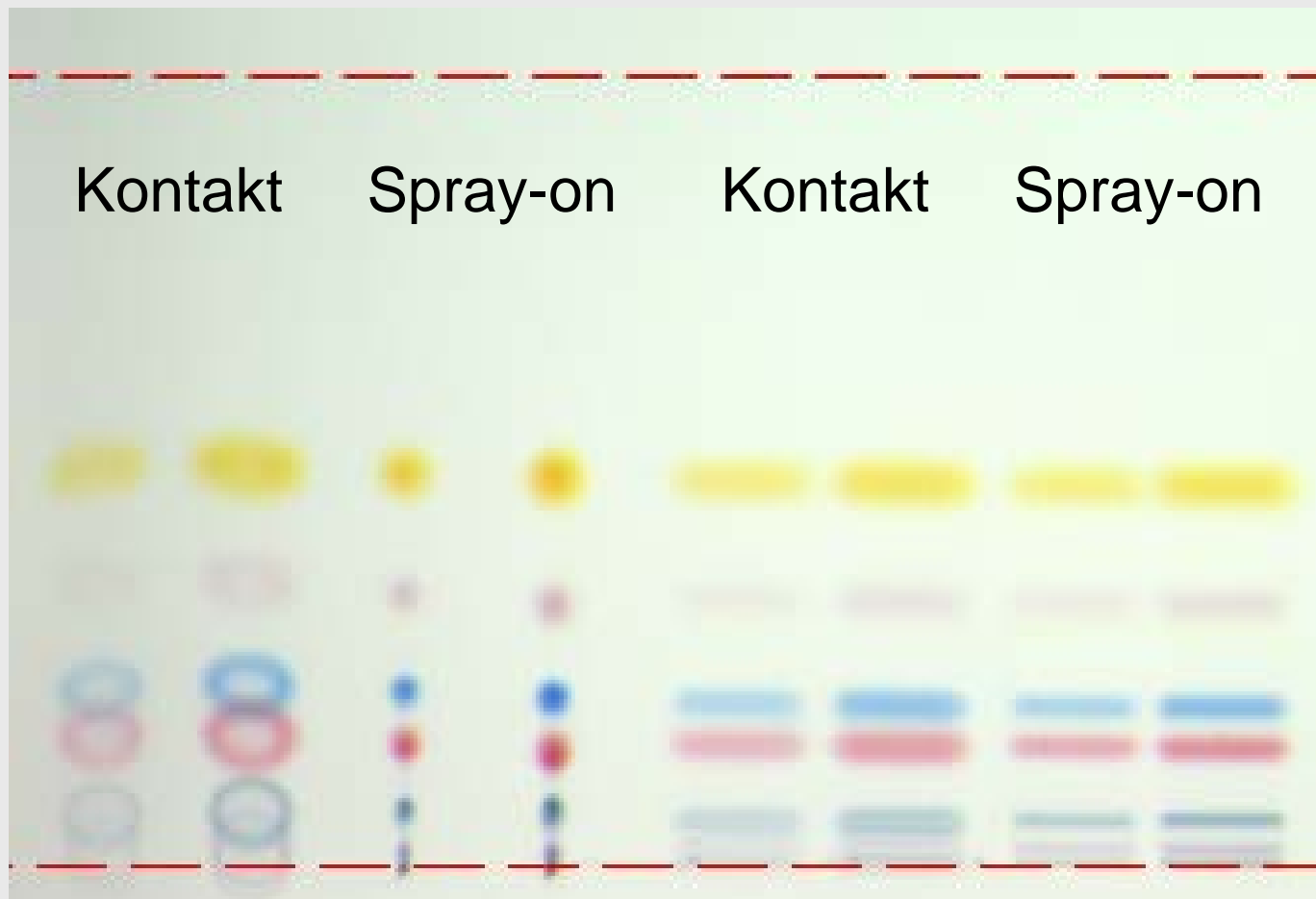
DC



HPTLC

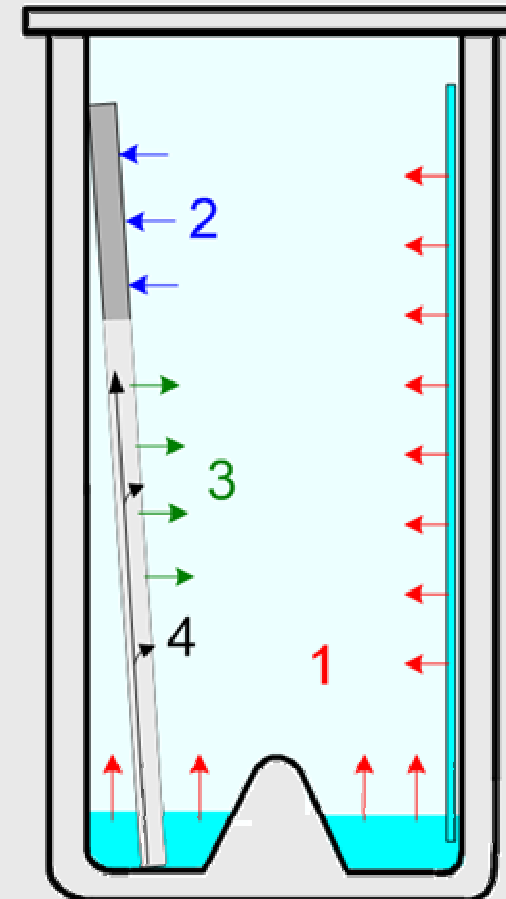


Richtiges Probenauftragen



Die Vorgänge in der Kammer

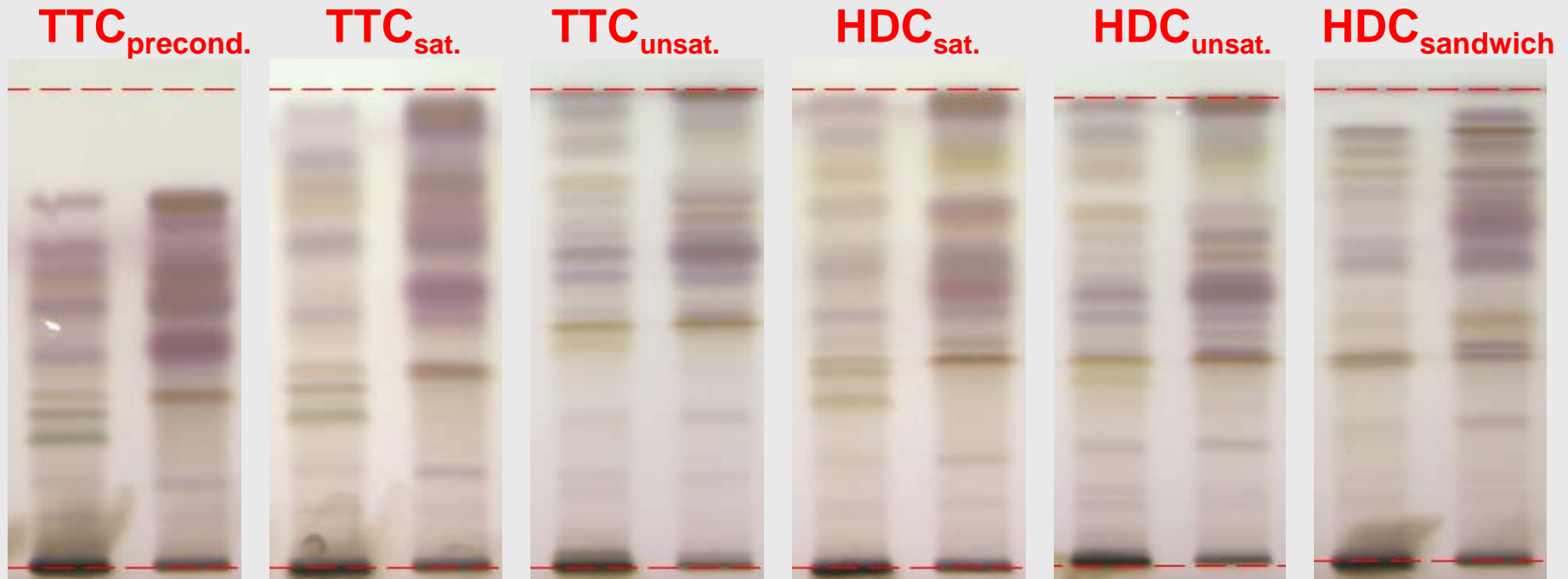
1. Sättigung
2. Vorkonditionierung
3. Verdampfen
4. Sekundäre Fronten



Einfluss der Kammerkonfiguration/-sättigung

TTC = Doppeltrogkammer

HDC= Horizontalentwicklungskammer

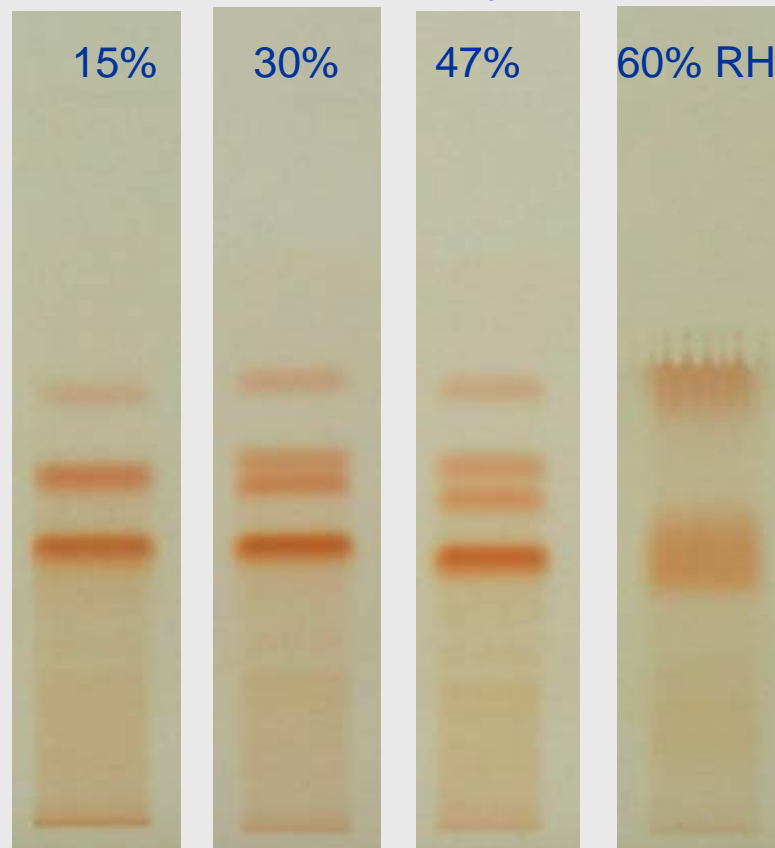


HPTLC Kieselgel 60 F₂₅₄, Toluol - Ethylacetat - Essigsäure (70 : 33 : 3)

Links: *Schisandra chinensis*, rechts: *Schisandra sphenanthera*

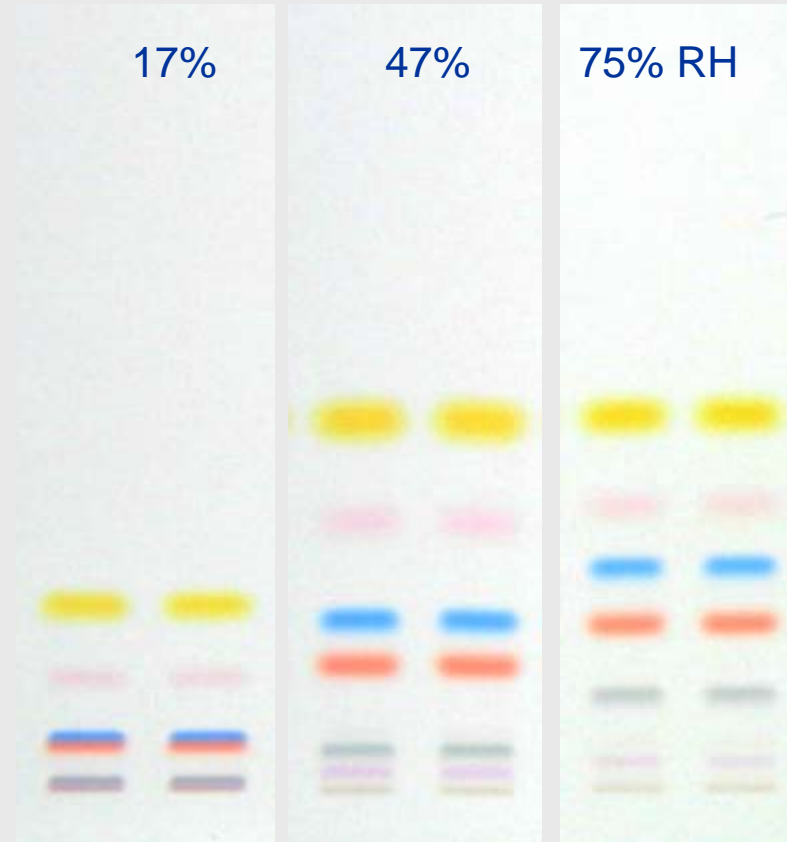
Einfluss der rel. Luftfeuchte/ Aktivität

Grüntee: Polyphenole



Toluen, Aceton, Ameisensäure(4.5:4.5:1)

Testfarbstoff



Toluen

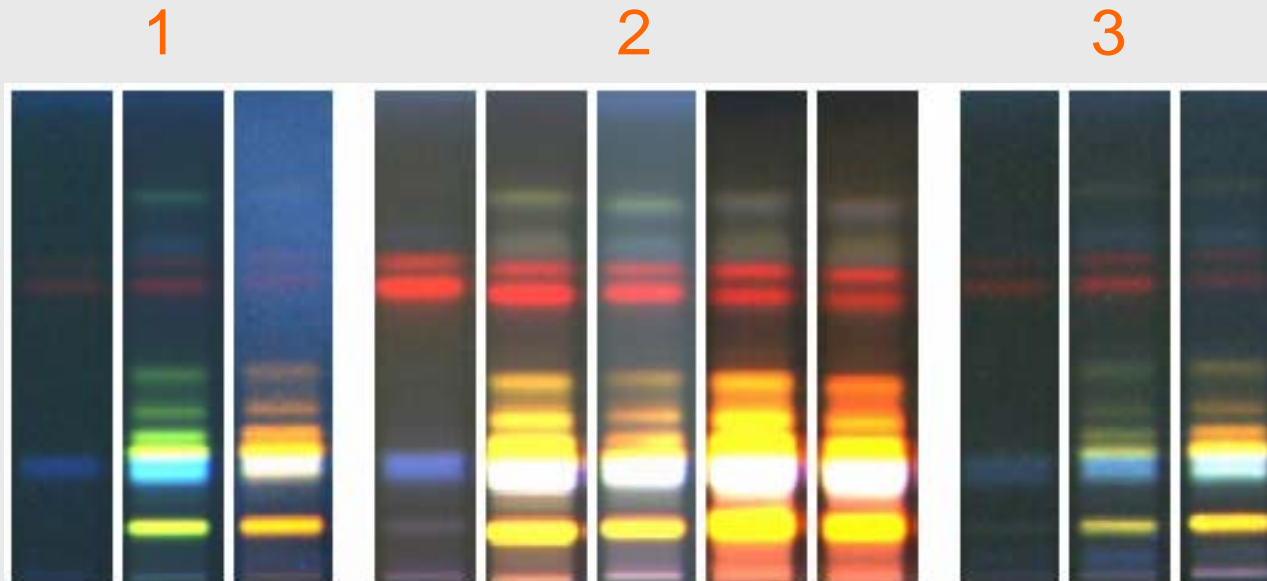
Sprühen oder Tauchen?



Dichlorochinon
chloroimid-Reagenz
und Ammoniakdampf



Derivatisierungsparameter (Flavonoide)



1: 3 min Kaltluft, (366 nm, NP, NP/PEG)

2: 5 min 105°C, (366 nm, NP, 30 min später, NP/PEG, 30 min später)

3: 30 min 105°C, (366 nm, NP, NP/PEG)

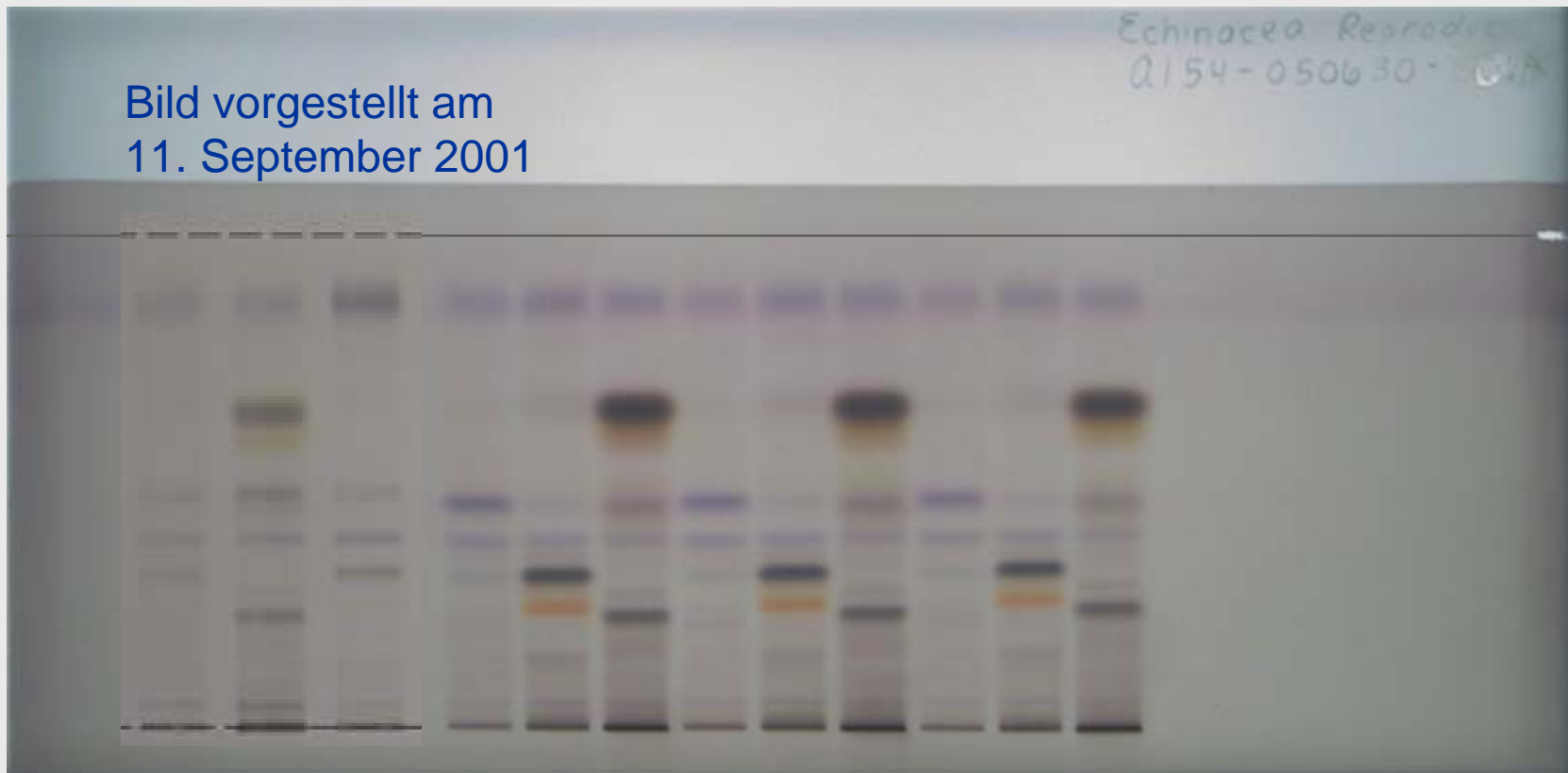
Unser Vorschlag: SOP für die HPTLC

- ▶ **Plattenmaterial & Beschriftung**
 - HPTLC Fertigplatten, 20x10 / 10x10 cm
 - Projektnummer_Jahr/Monat/Tag_Plattennummer
- ▶ **Auftragungs-Parameters**
 - 8 mm Band, gesprüht, 8 mm (vom unterem Rand), 15 mm (vom linken und rechten Rand)
- ▶ **Detaillierte Beschreibung der Entwicklung**
 - 6 cm, 20 min Sättigung (mit Filterpapier)
- ▶ **Derivatisierung**
 - Tauchen, wenn möglich
- ▶ **Densitometrie**
 - MWL Scan
 - Auswertung im Maximum
- ▶ **Digitale Dokumentation**
 - UV 254 nm / 366 nm / Weisslicht (vor und nach der Derivatisierung)

Erfolgreiche Standardisierung– *Echinacea*

06. Mai, 2005 – CSI Laboratory

Bild vorgestellt am
11. September 2001



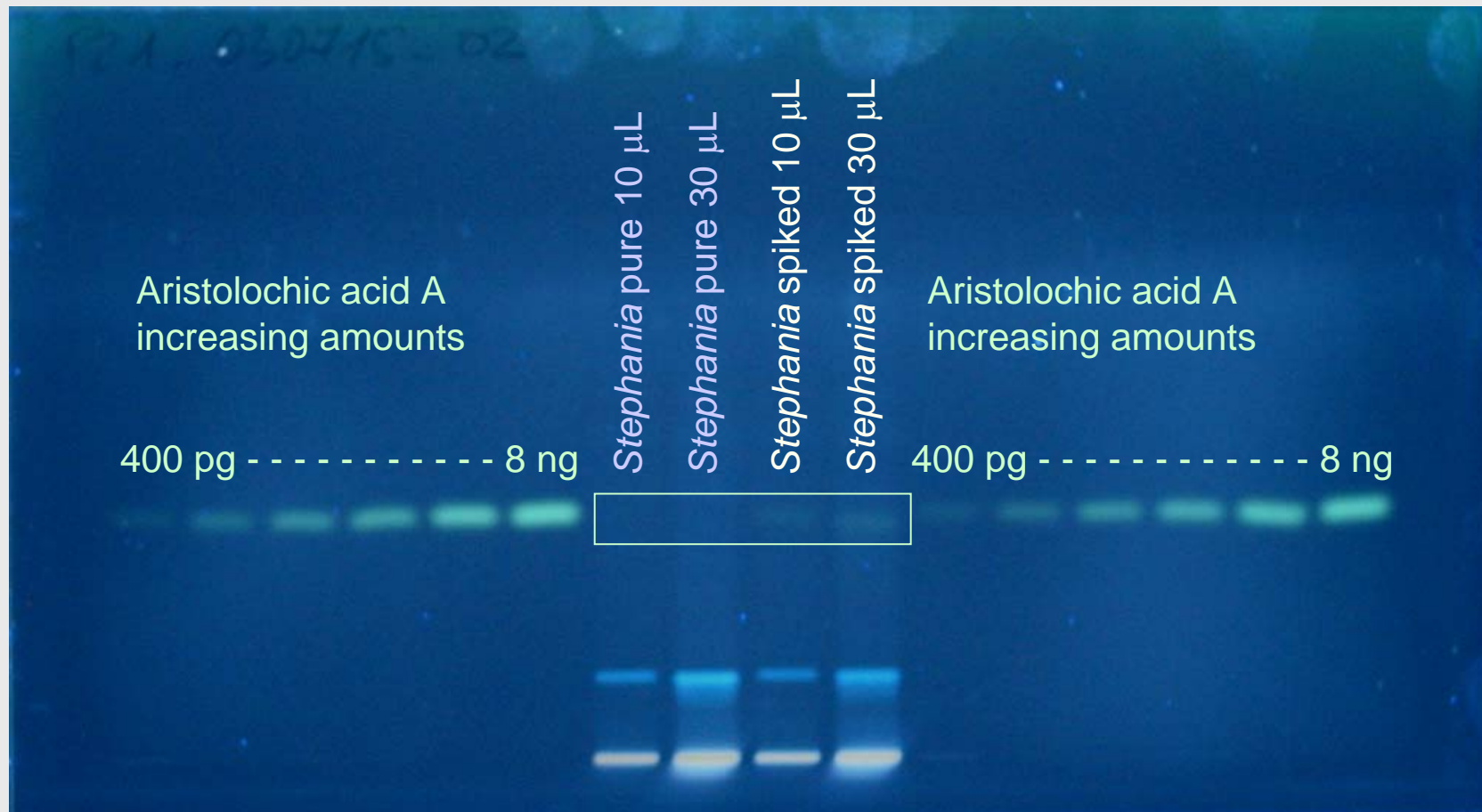
Validierte Methoden zur Identifizierung

- ▶ Süssholzwurzel
- ▶ Mutterkraut
- ▶ Mariendistel
- ▶ Kava kava
- ▶ Ingwer
- ▶ Grüntee
- ▶ Ginseng
- ▶ Sibierischer Ginseng
- ▶ Sonnenhut
- ▶ Traubensilberkerze

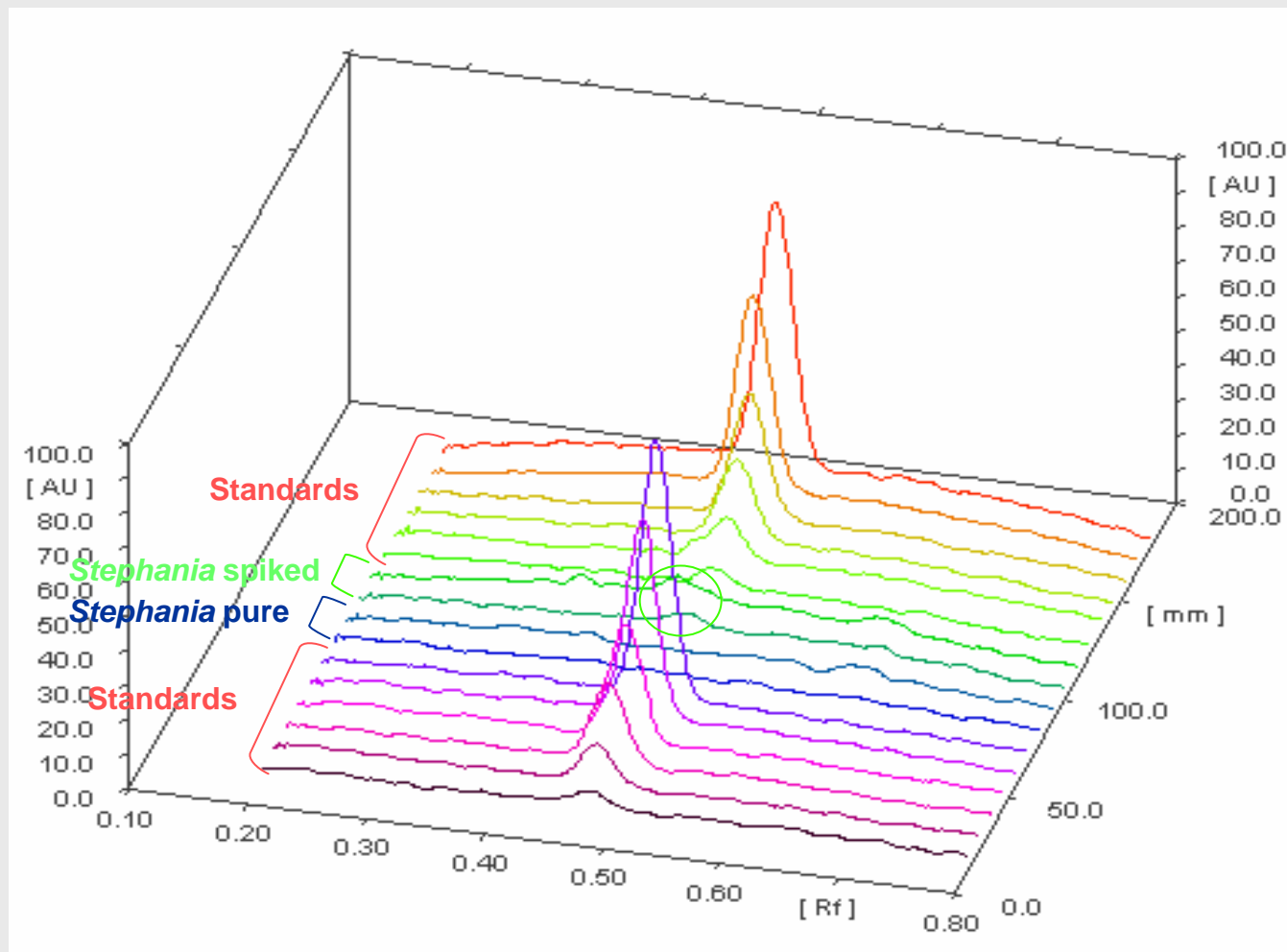
In Arbeit

- ▶ Johanniskraut
- ▶ Sägepalmenfrüchte
- ▶ Hoodia
- ▶ Helmkraut
- ▶ Sternanis
- ▶ Andere Cimigifuga – Arten

Nachweis von of 1 ppm Aristolochiasäure

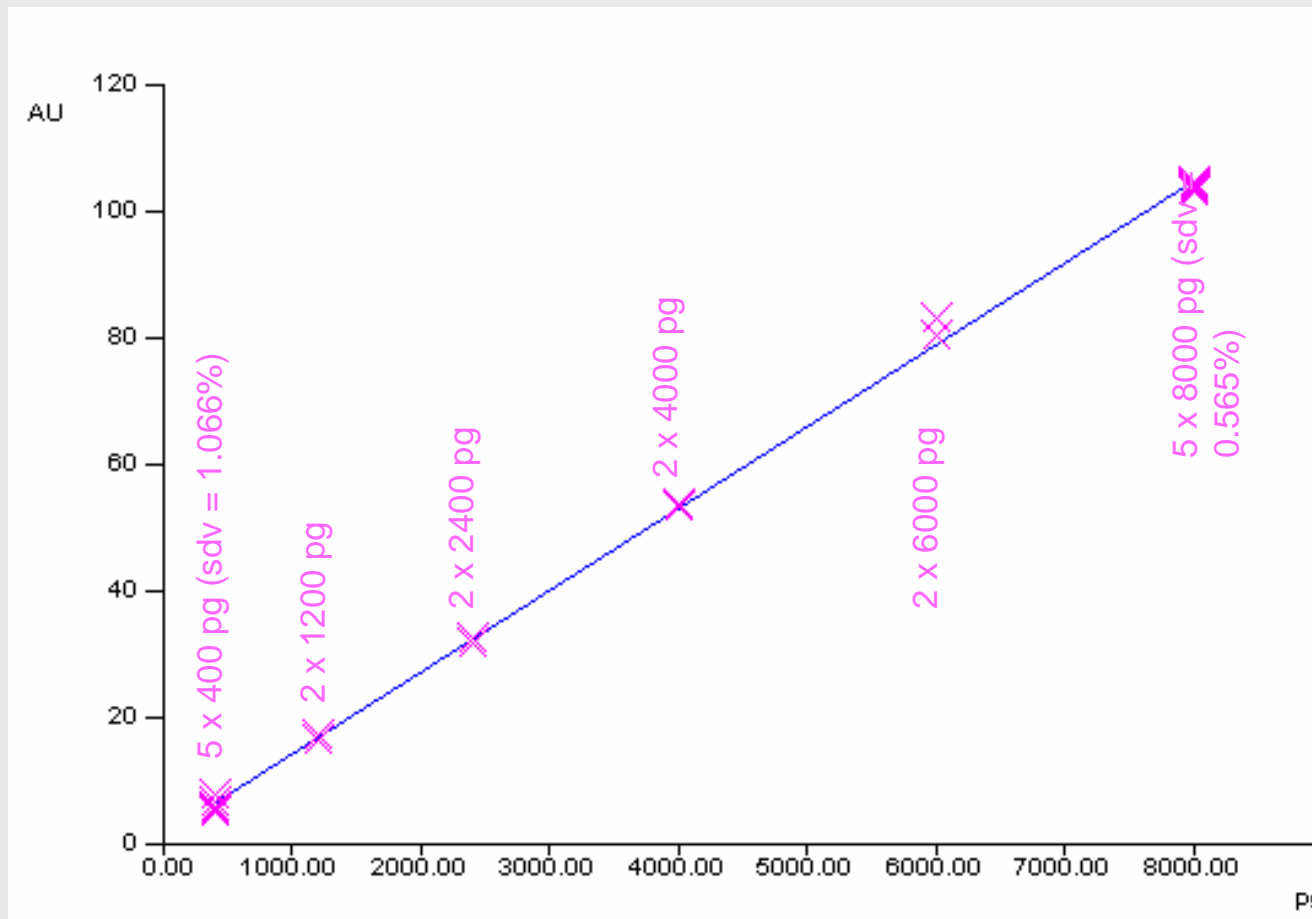


Nachweis von of 1 ppm Aristolochiasäure



Quantitative Bestimmung (JPC 2004)

Kalibrierkurve für Aristolochichiasäure A (Peakhöhe)



Was ist HPTLC heute ?

- | | |
|---------------------|--------------------|
| ▶ Billig ? | Hmm... |
| ▶ Flexibel? | Ja |
| ▶ Leistungsstark? | Klar! |
| ▶ Zuverlässig? | Sicher! |
| ▶ Reproduzierbar? | Natürlich |
| ▶ Schnell? | Durchaus |
| ▶ Unterhalt? | Was ist das denn? |
| ▶ Laufende Kosten? | Sehr niedrig |
| ▶ Kosten pro Probe? | Noch niedriger |
| ▶ Regelkonform? | Selbstverständlich |

Noch Fragen bitte?

- ▶ eike.reich@camag.com
- ▶ lab@camag.com
- ▶ www.camag.com