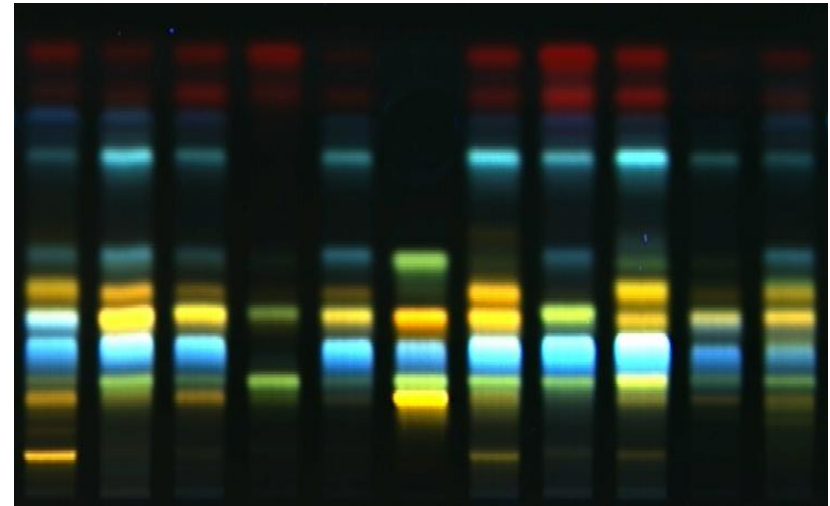


# ВОЗМОЖНОСТИ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ТСХ

**«Донау Лаб» / САМАГ**

## Почему ТСХ?

- Наглядно
- Быстро
- Не дорого
- Гибко
- *Эффективно?*
- *Надежно?*
- *Документально?*



- *ДА, если это...*



**САМАГ** Инструментальная  
Высокоэффективная ТСХ (ВЭТСХ)

## Инструментальная ТСХ...

- = Тонкослойная хроматография (ТСХ)
- = Высокоэффективная тонкослойная хроматография (ВЭТСХ)
- = Современная тонкослойная хроматография
- = Планарная хроматография
- = Планарная жидкостная хроматография (PLC)

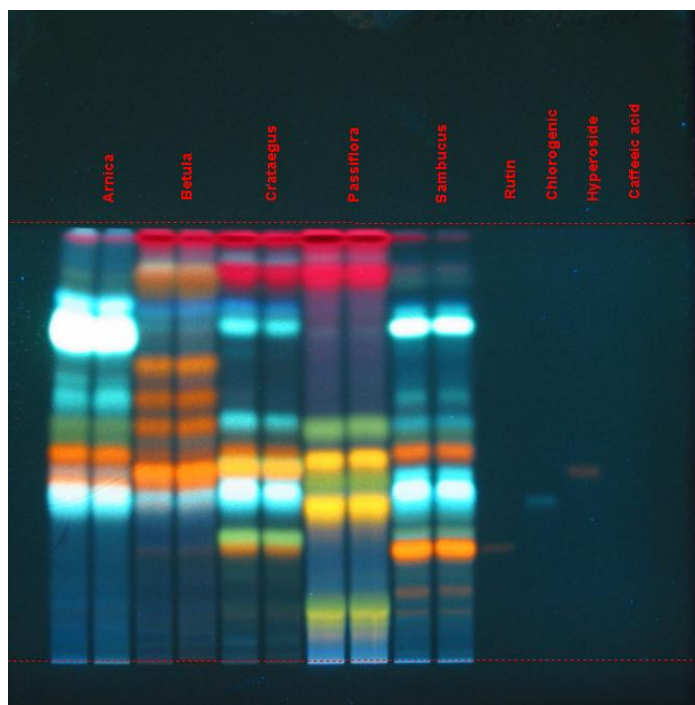
## Преимущества ТСХ / ВЭТСХ

- Параллельное определение образцов и стандартов
- Минимизированная пробоподготовка, так как пластина используется один раз
- Селективная оптимизация для искомых компонентов
- Гибкое и многократное детектирование
- Технология off-line дает большую гибкость и вариации решения аналитических задач

## ТСХ vs. ВЭТСХ

	TLC	HPTLC
Размер частиц:	10 - 15 $\mu\text{m}$	5 - 7 $\mu\text{m}$
Разброс размера:	широкий	узкий
Толщина слоя:	250 мкм	100, 200 мкм
Кол-во дорожек: макс.	12	36 - 72
Элюирование:	100 - 150 мм	30 - 70 мм
Время элюирования:	30 - 200 мин	3 - 20 мин
Объем фазы:	50 мл	5 - 10 мл
Предел обнаружения:		
Поглощение	100 - 1000 нг	10 - 100 нг
Флуоресценция	1 - 100 нг	0,1 - 10 нг

## Сравнение ТСХ и ВЭТСХ



ТСХ пластина 20 x 20 см

12 см фронт

25 мл фазы

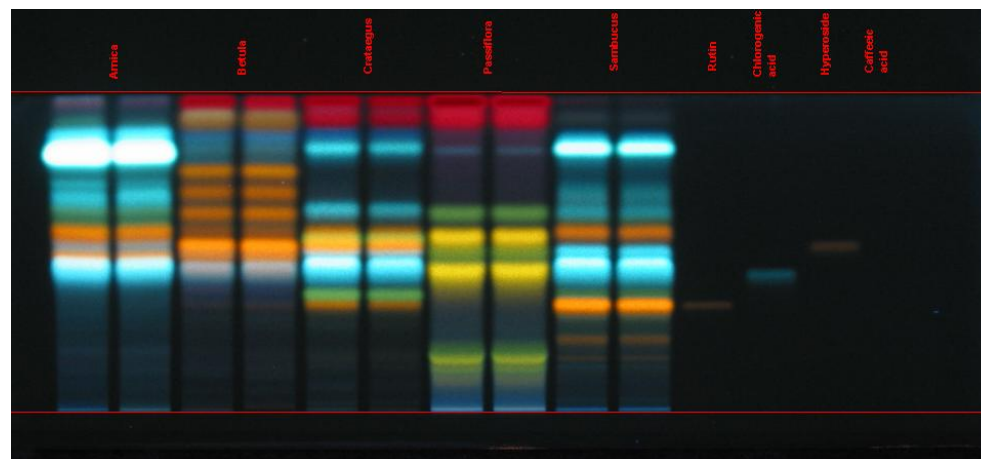
32 мин

ВЭТСХ пластина 20 x 10 см

7 см фронт

10 мл фазы

10 мин



Флавоноиды (Ph.Eur.4)

## Высокоэффективная ТСХ

ТСХ 21 века

Новая концепция

- Инструментальная ТСХ

>оборудование

- Нанесение

>научная база

- Элюирование

>стандартизированная методология

- Документирование

- Денситометрия

>валидированные методы

- Соответствие cGMP

HPTLC plate; Sample S1 - S10

05.09.2007 / OMCL Swissmedic

RM 1-3 S1 S2 S3 S4 S5 S6 S7 S8 S9 S10

ТСХ в прошлом! Будущее за ВЭТСХ!

3  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L 5  $\mu$ L





# ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ



Клиника



Продукты  
питания



Фарма



Травы, фито  
препараты



Косметика



Промышленное  
применение



Криминалистика



Окружающая  
среда

## Области применения ВЭТСХ

Препараты на основе синтетических активных субстанций

- Однородность дозирования
- Содержание действующего вещества
- Анализ сырья
- Анализ примесей
- Валидация очистки оборудования

## Области применения ТСХ / ВЭТСХ

- Фитопрепараты
  - Идентификация фитопрепаратов
  - Идентификация, контроль качества и стабильности:
    - Экстрактов из растений
    - Готовых фитопрепаратов
    - Препаратов из смеси растений
  - Контроль качества растений

## Количественное определение левофлоксацина в плазме

- п Валидированный FDA метод
- п Используется только 20 мкм образца
- п 30 образцов одновременно за 7 минут в 10 мл фазы
- п Высокая производительность при незначительной пробоподготовке



Клиника

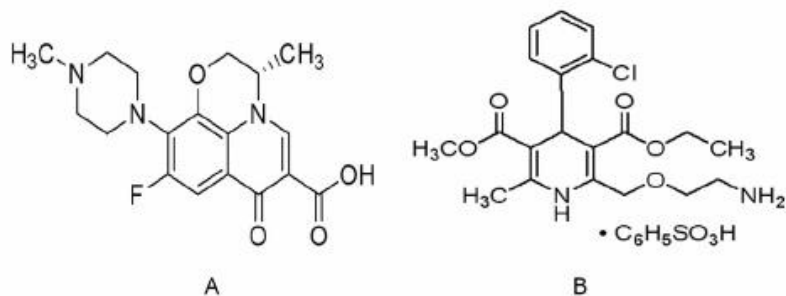


Figure 1

The structures of levofloxacin (A) and amlodipine besylate (B).

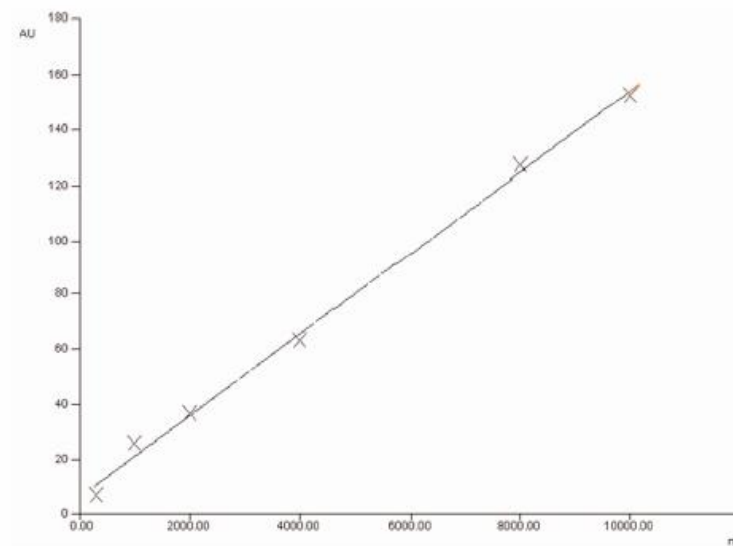


Figure 2

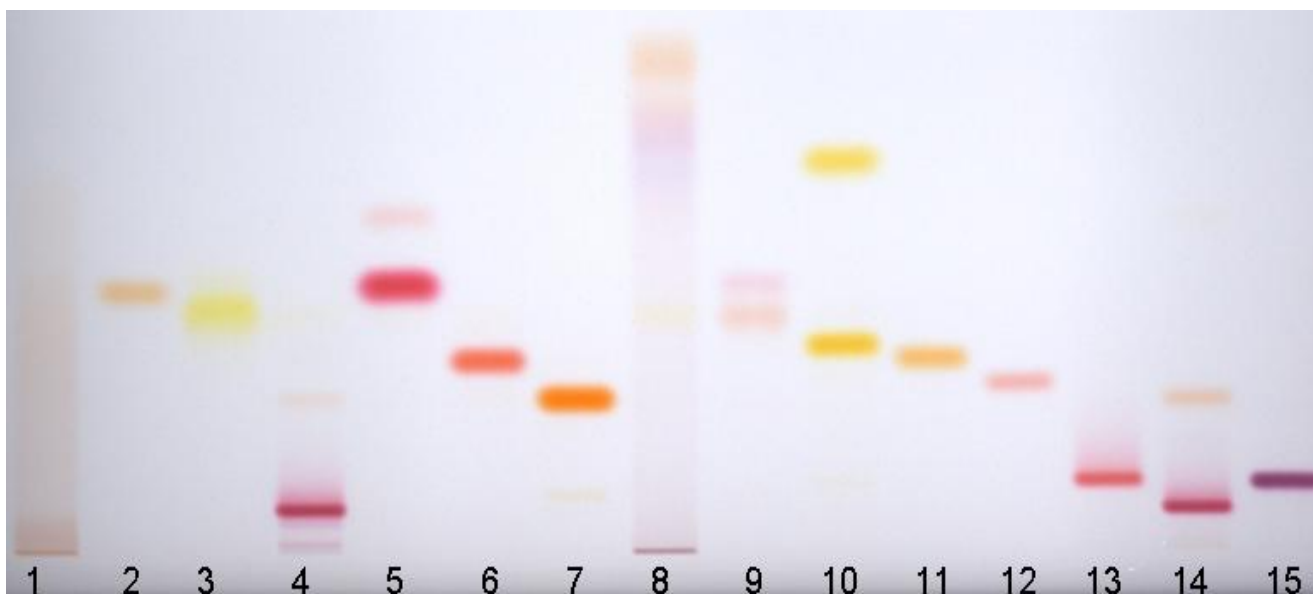
Typical calibration plot in the range 300–10000 ng mL<sup>-1</sup>  
( $Y = 6.132 + 0.015X$ ;  $R = 0.998$ ,  $sdv = 5.15$ ).

## Запрещенные красители в продуктах питания

- Одновременное определение широкого диапазона запрещенных красителей с различными химическими свойствами  
→ ВЭТСХ – наилучший выбор
- Влияние матрицы и природных красителей (каротиноиды)  
→ Избирательное окисление каротиноидов



Продукты  
питания

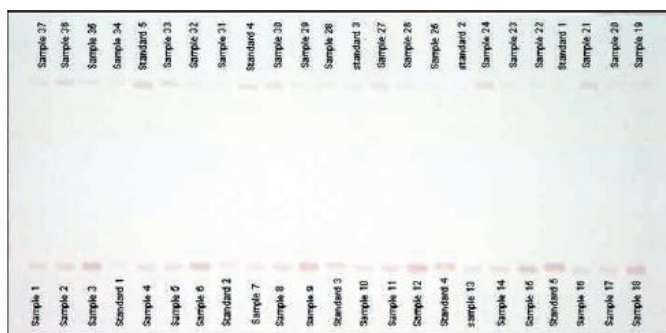


1. Natural Red 25
2. Para Red
3. Auramine
4. Sudan Red B
5. Methyl yellow
6. Sudan Red G
7. Oil Orange SS
8. Natural Red 28
9. Toluidine Red
10. Sudan Orange G
11. Sudan I
12. Sudan II
13. Sudan III
14. Sudan IV
15. Sudan 7B

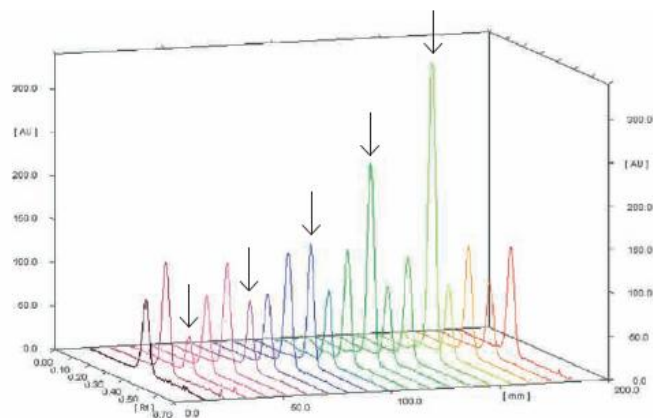
## Определение аминопропанола в дерматологической продукции



Фарма



▲ Example of a HPTLC plate with the violet amino-propanol zone; respective sample and standard tracks were developed from both plate sides in the HDC and just heated for derivatization



▲ 3D-graphic of the close-up range of the amino-propanol peak on different tracks measured at 486 nm (five-point calibration is marked)

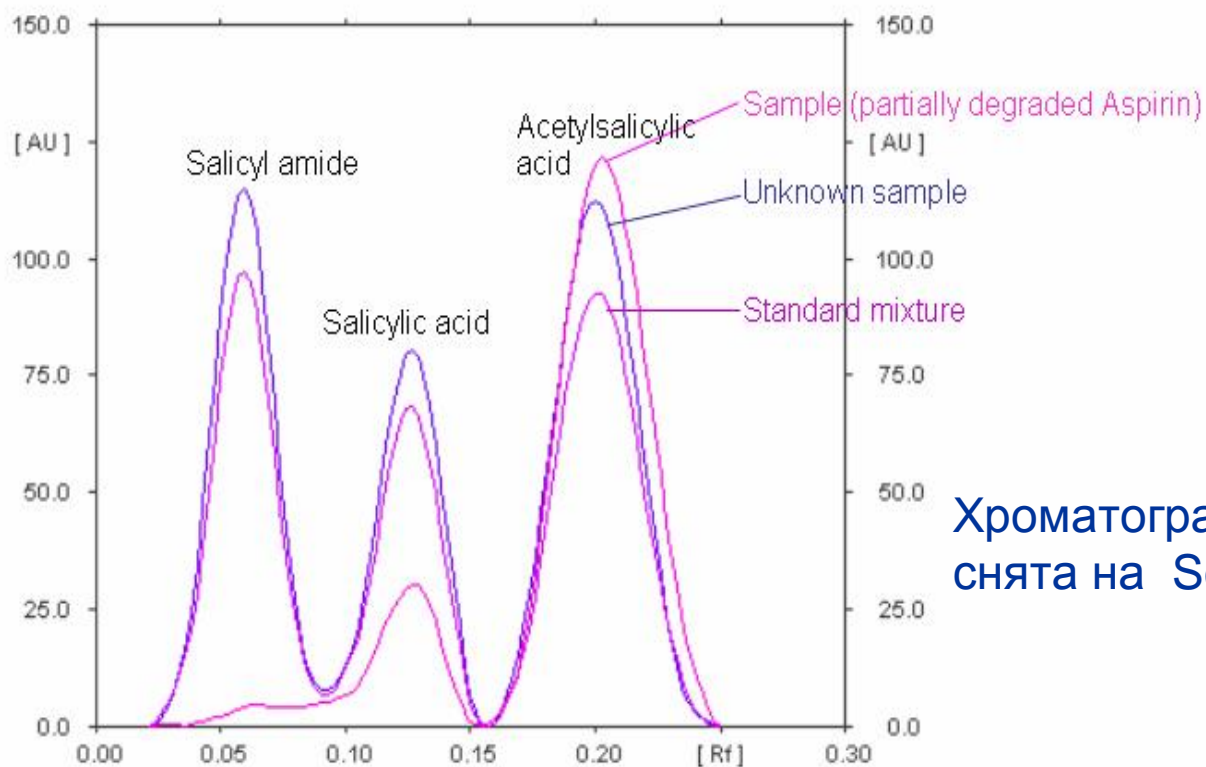
- Аминопропанол как правило определятся ВЭЖХ, но данный метод занимает много времени. Его можно заменить простым, быстрым, и точным ВЭТСХ.
- Основное преимущество – увеличение производительности в 3 раза со значительным сокращением рабочего времени.
- Простая дериватизация добавлением нингидрина в сольвент
- Эффективность доказана данными валидации

Validation parameter	Results
LOD	4.5 µg/mL
LOQ	15 µg/mL
<i>(both related to the applied volume 2 µL)</i>	
Linearity (coefficient of correlation)	0.9979
Mean recovery	102 %
Mean repeatability (RSD)	±4.9 %
<i>(performed at 5 concentration levels with n= 3 for each calibration level)</i>	
Intermediate precision (RSD, n= 9)	±5.7 %

## Определение производных салициловой кислоты



Фарма



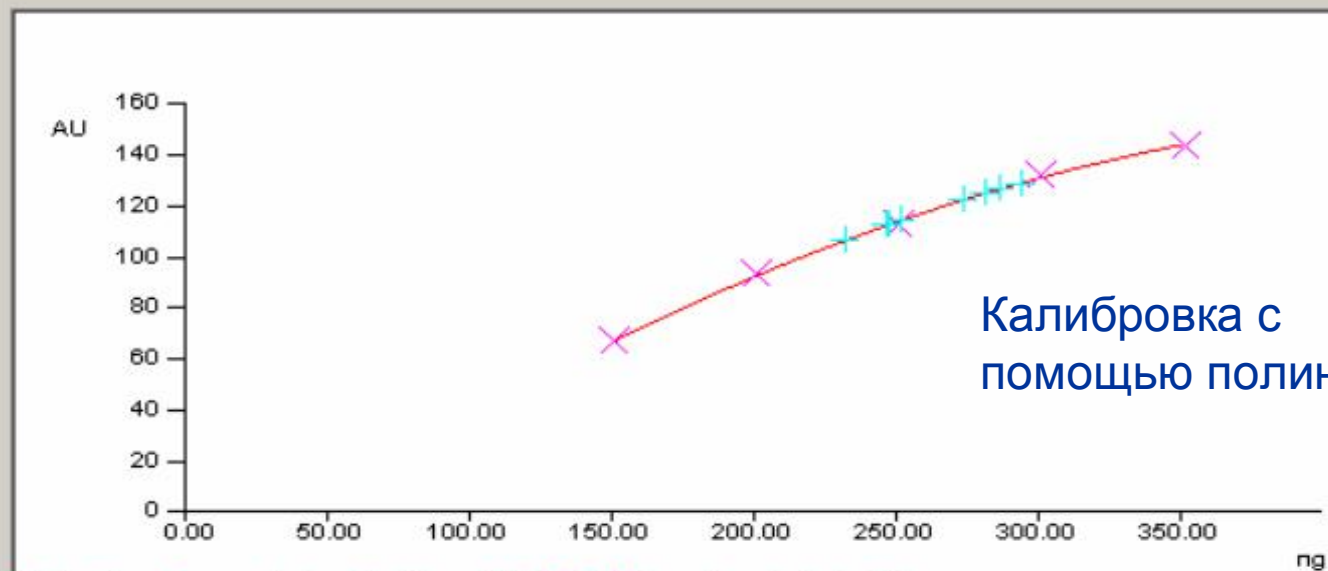
Хроматограмма  
снята на Scanner 3

## Определение производных салициловой кислоты



Фарма

Substance: Acetylsalicylsäu @ 200 nm      Regression mode: Polynomial  
Regression via height       $Y = -36.036 + 0.809 * X + -0.001 * X^2$        $r = 0.99969$        $sdv = 0.99 \%$

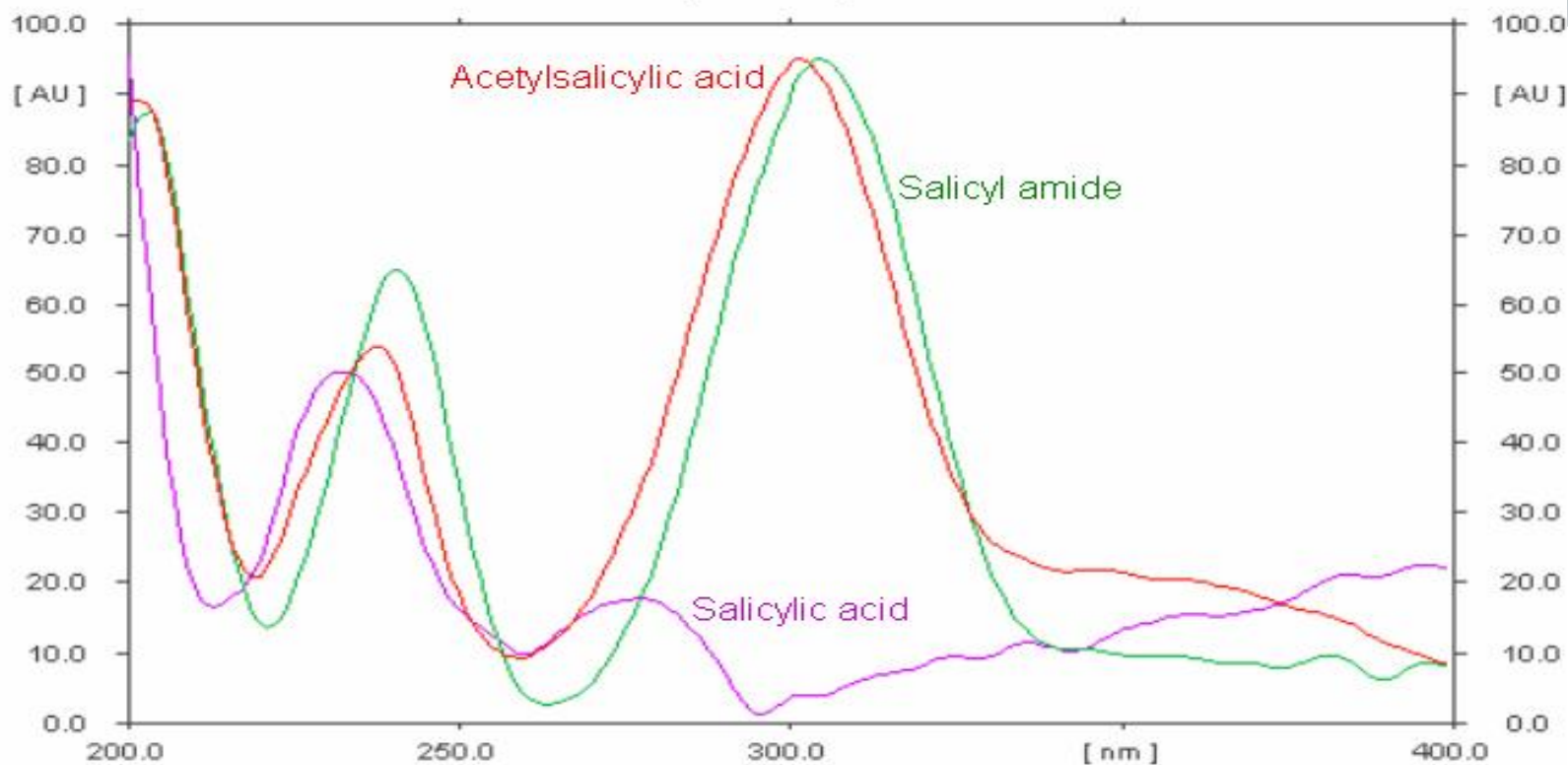


Калибровка с  
помощью полинома

Calibration for acetylsalicylic acid, 150-350 ng (peak height)

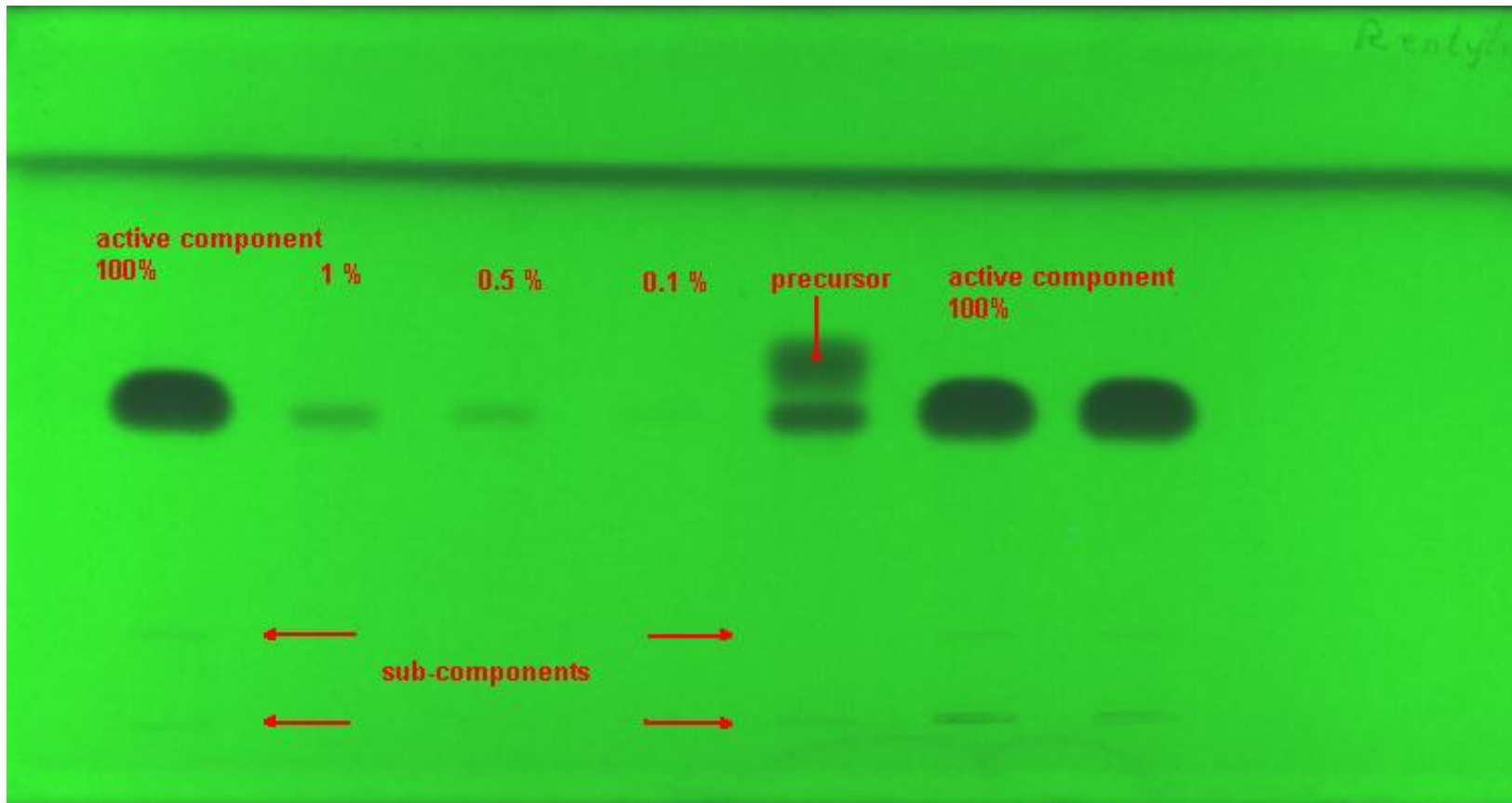


## Определение производных салициловой кислоты



Сканирование спектров на Scanner 3

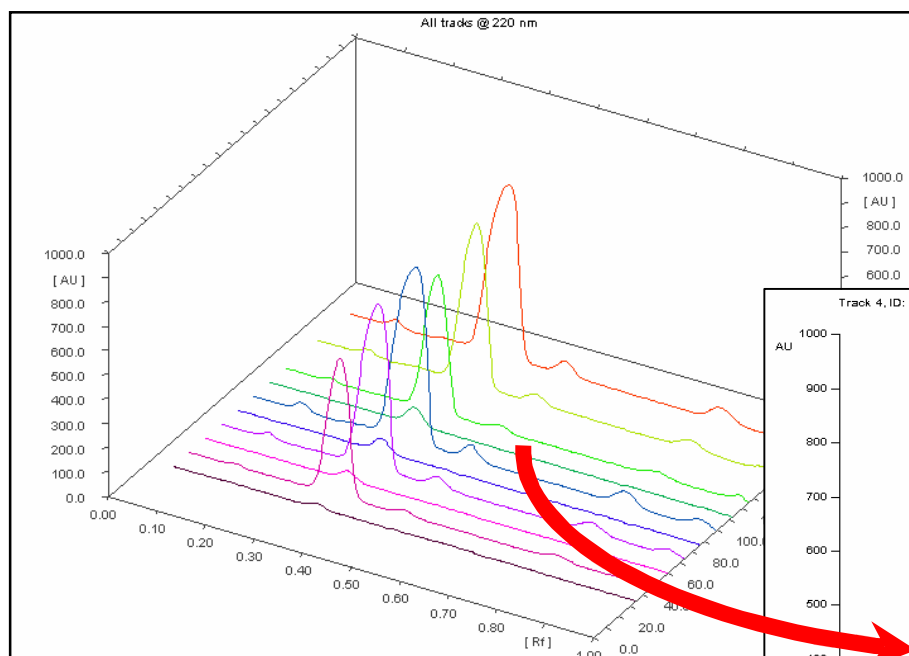
# Определение примесей



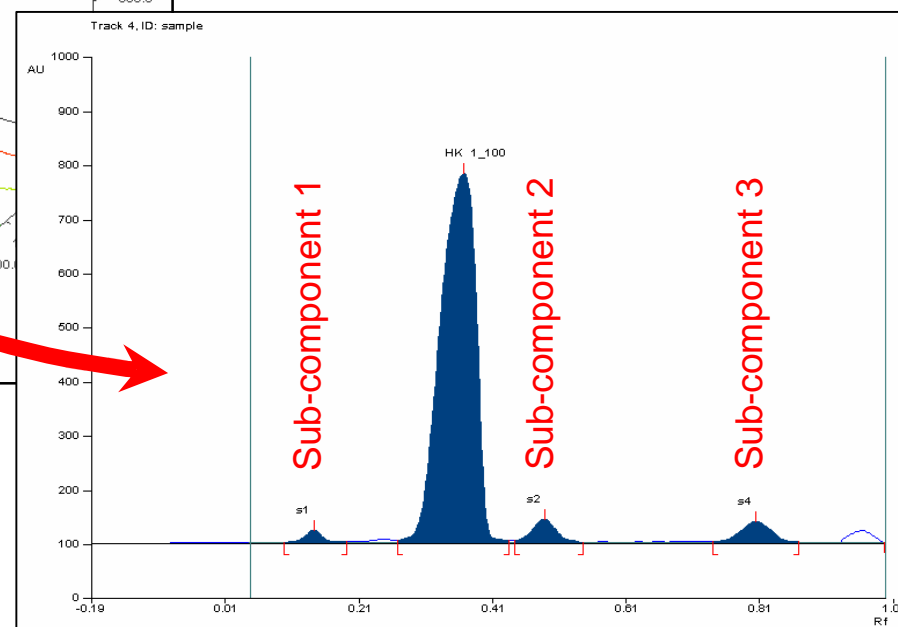
## Определение примесей



Фарма



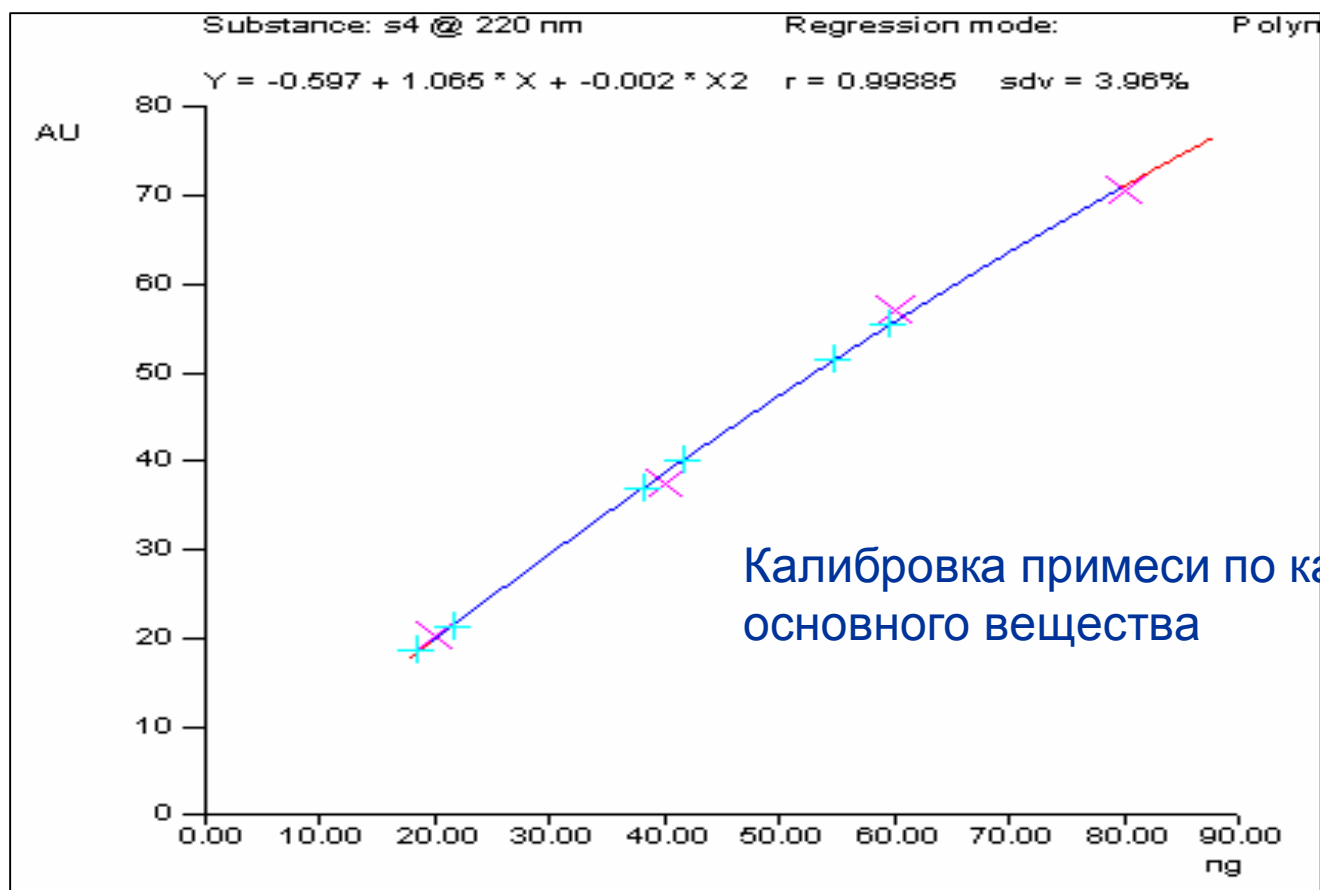
Дорожка 4 с 1 основным  
компонентом и 3-я  
примесями



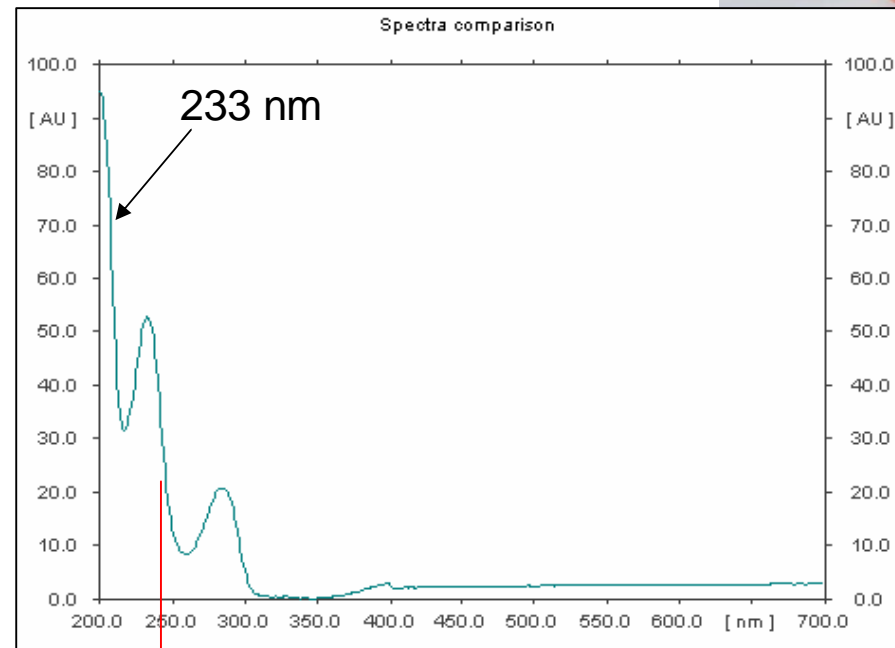
## Определение примесей



Фарма

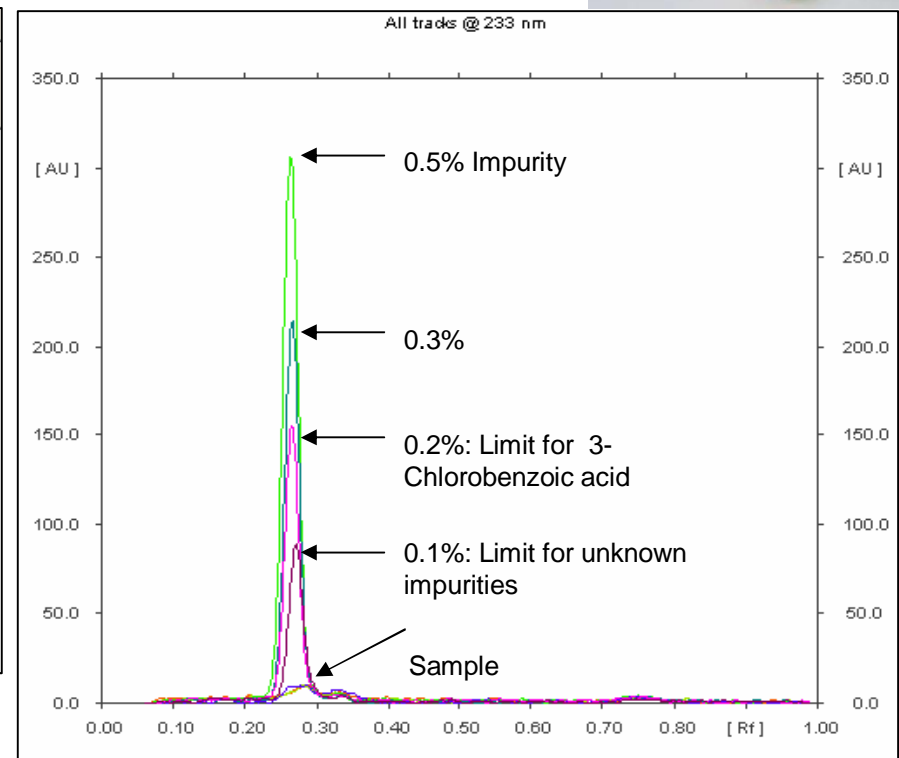
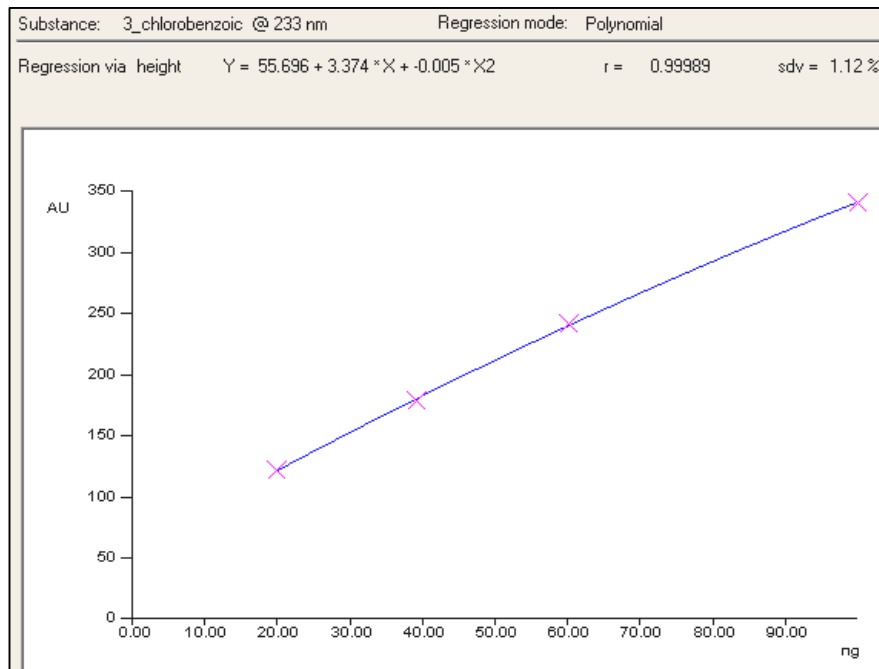


## Примеси бупропиона HCl (USP)



254nm

## Примеси бупропиона HCl (USP)



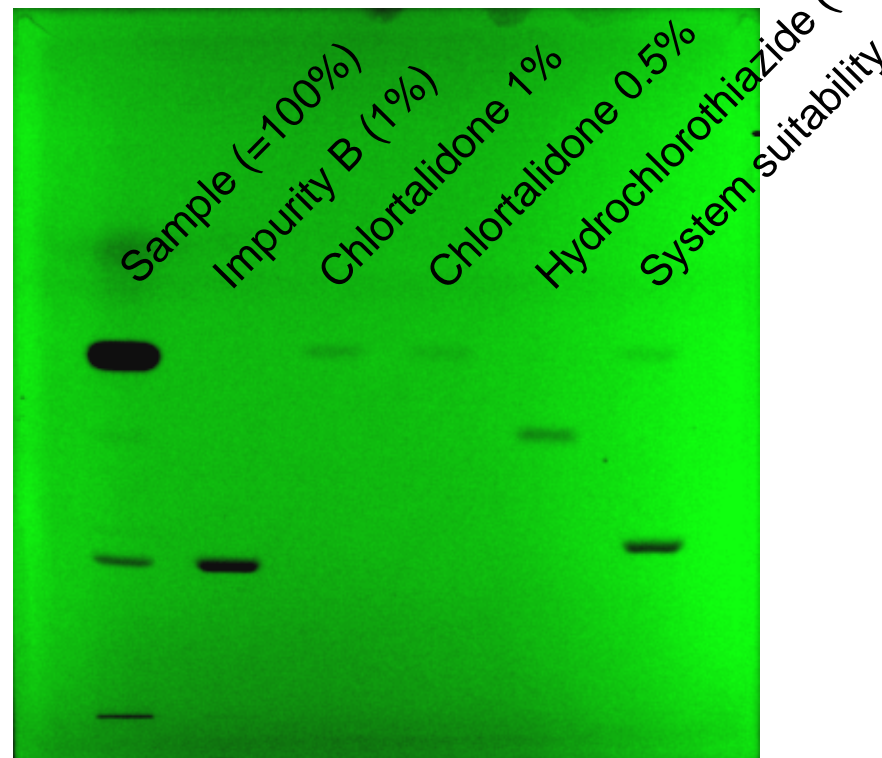
## Определение примесей в хлорталидоне



Пластины Silica gel F 254

Элюирование:

15 мл смеси толуол, кселен, аммиак,  
диоксан, изопропанол (5:10:20:30:30)

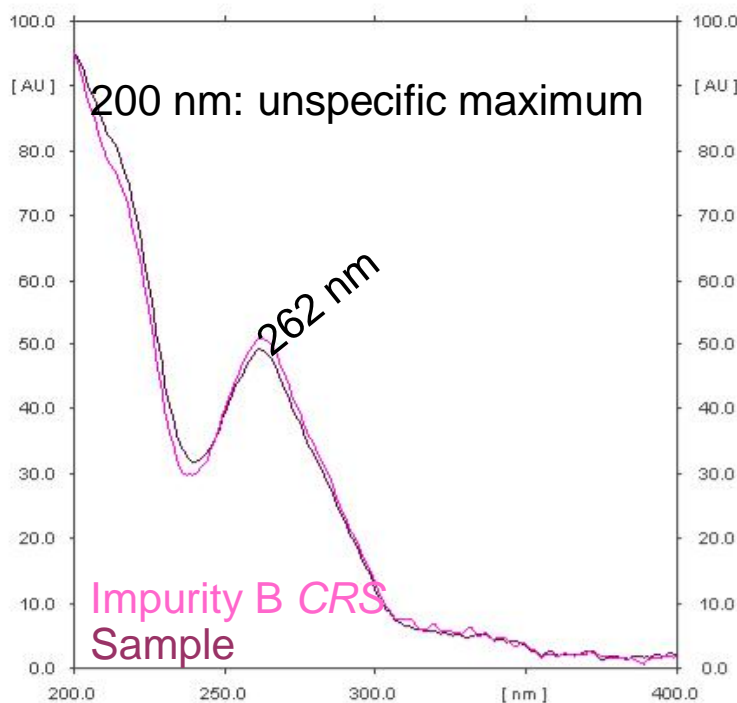


## Определение примесей в хлорталидоне: идентификация.



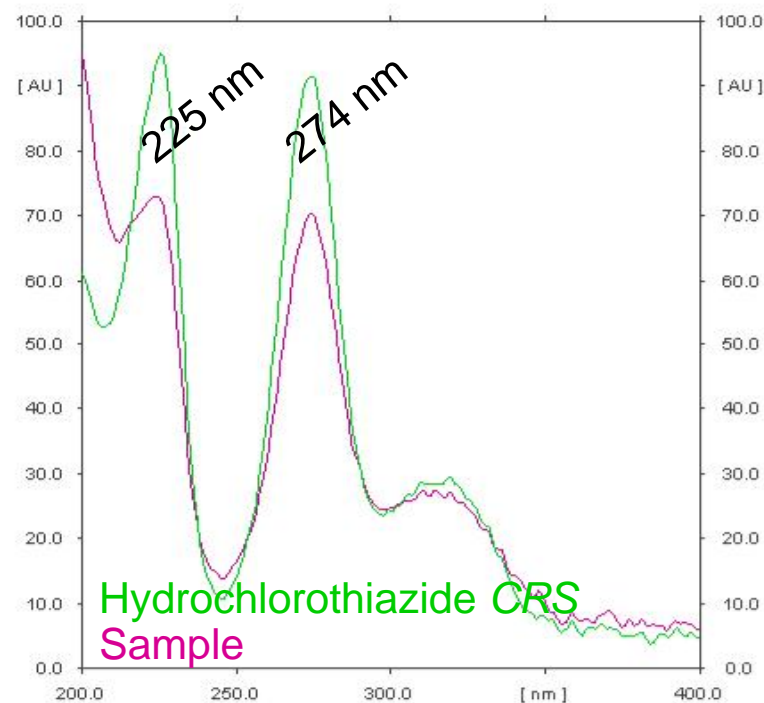
### Примесь В

Spectra comparison



### Гидрохлортиазид

Spectra comparison



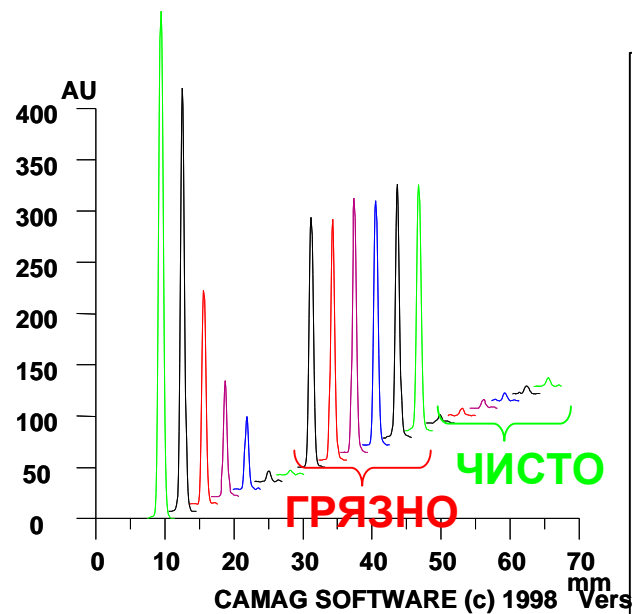


## Валидация очистки оборудования



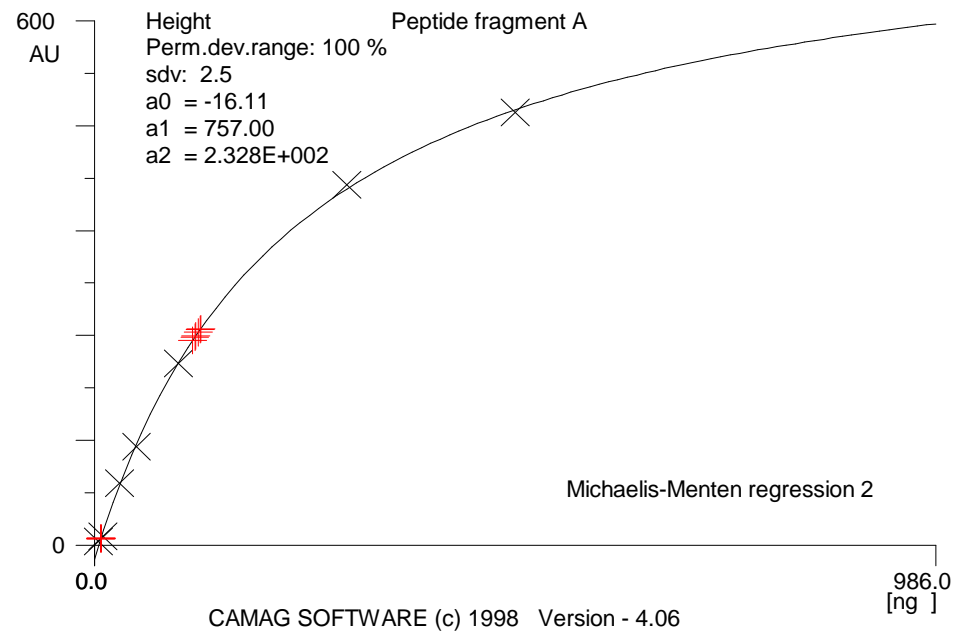
Filename:T20049 Track:1 to 19

8/AUG/2000



Used files: peak data: PEPTIDES, analysis data: PE0020

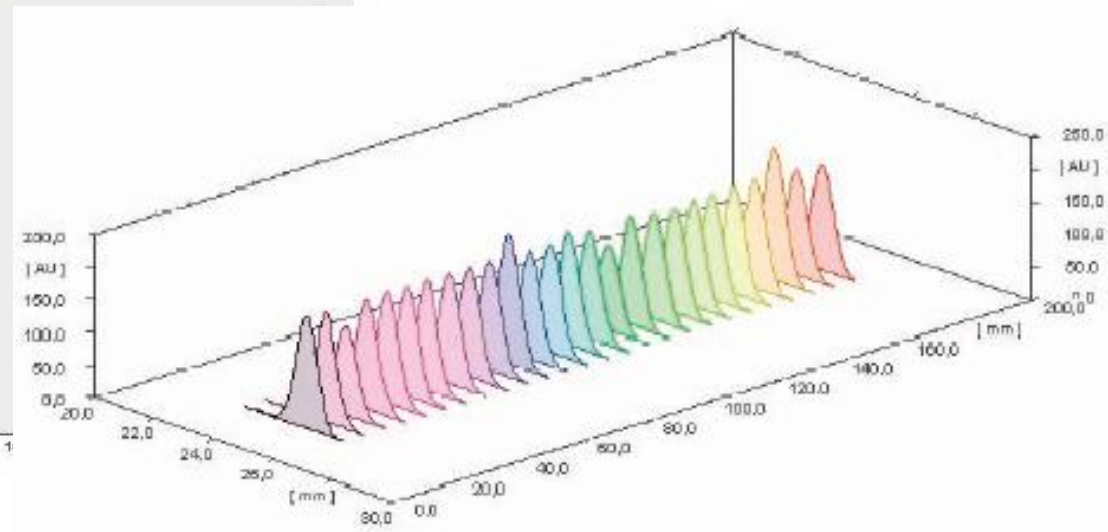
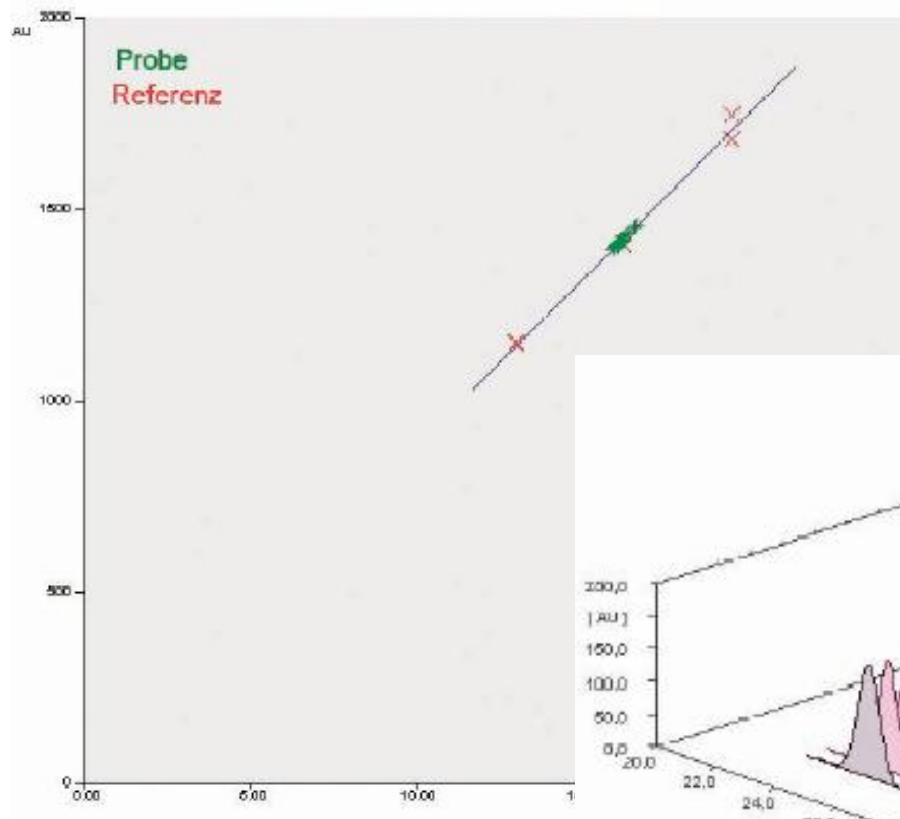
9/AUG/2000



## Однородность дозирования цинхокаина гидрохлорида



Фарма



## Однородность дозирования

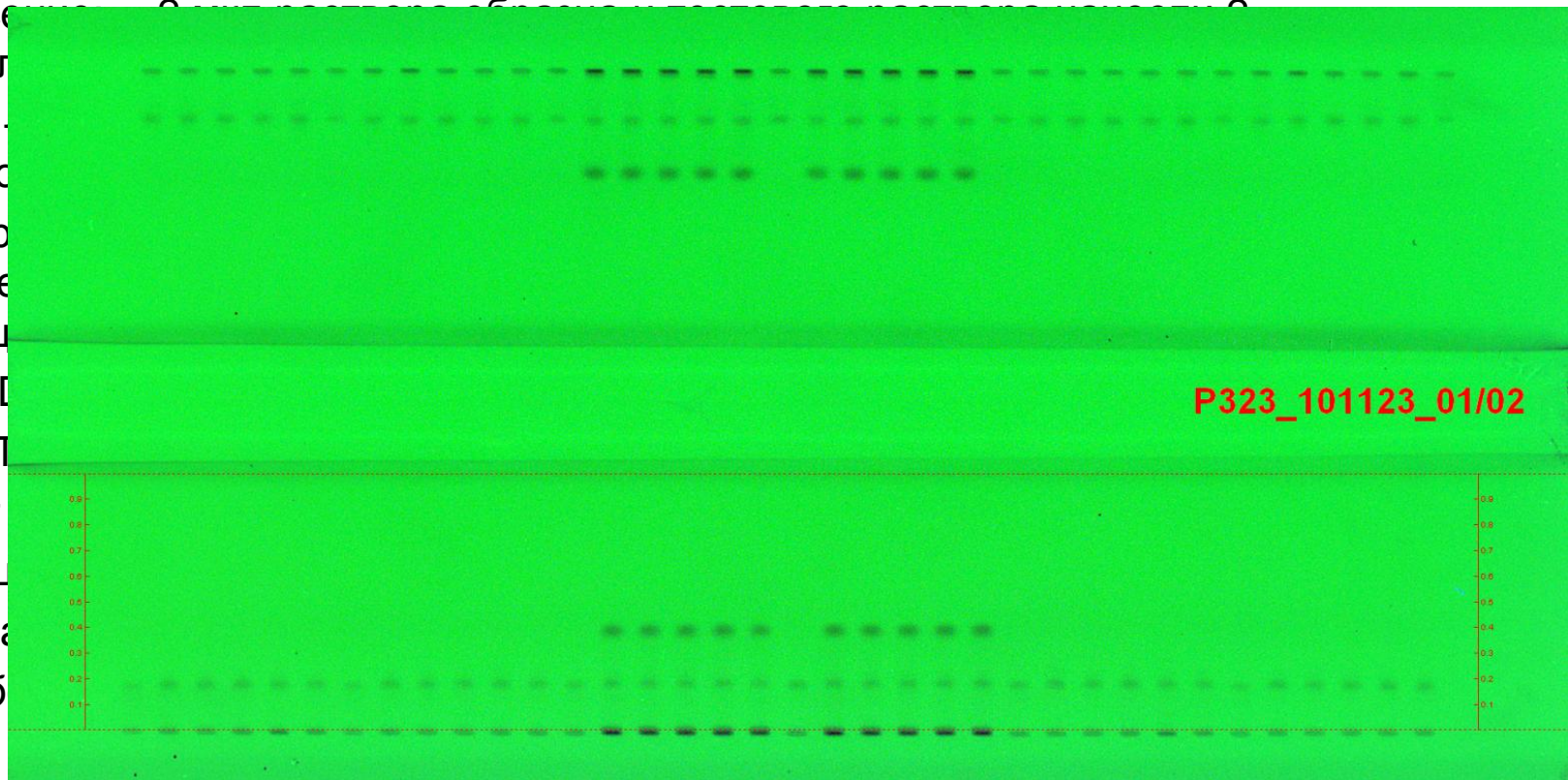
Быстрое определение однородности дозирования 6 партий мягких желатиновых капсул Coenzyme Q10



- Пластина: НPTLC Si 60 F<sub>254</sub> 20 x 10 cm (Merck).

Фарма

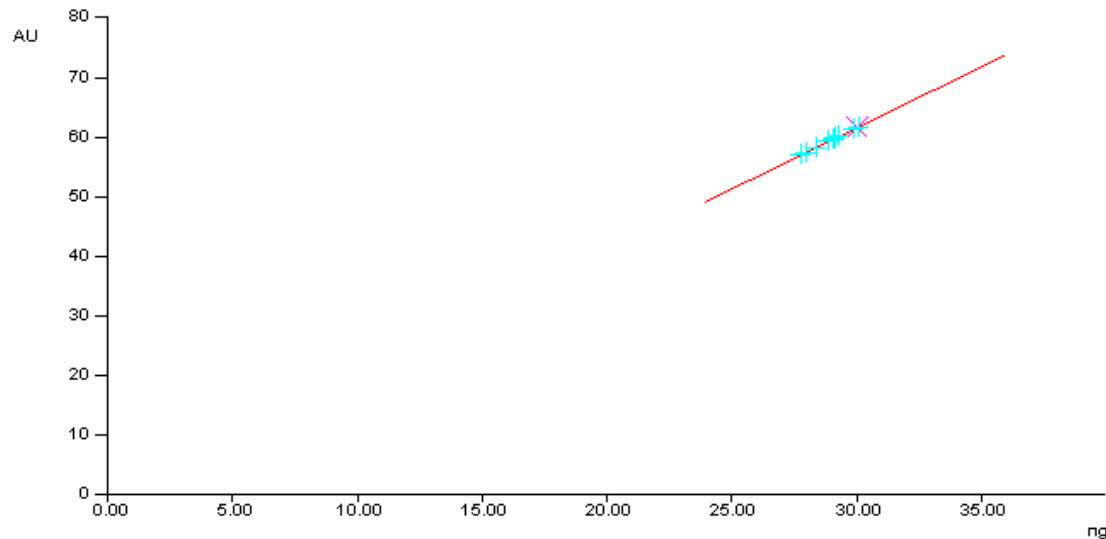
- Нанесение
- мм пол
- мм от
- Раство
- Элюир
- двухже
- насыш
- Для Н
- Для Т
- Фронт
- Высуш
- Дери
- Обраб



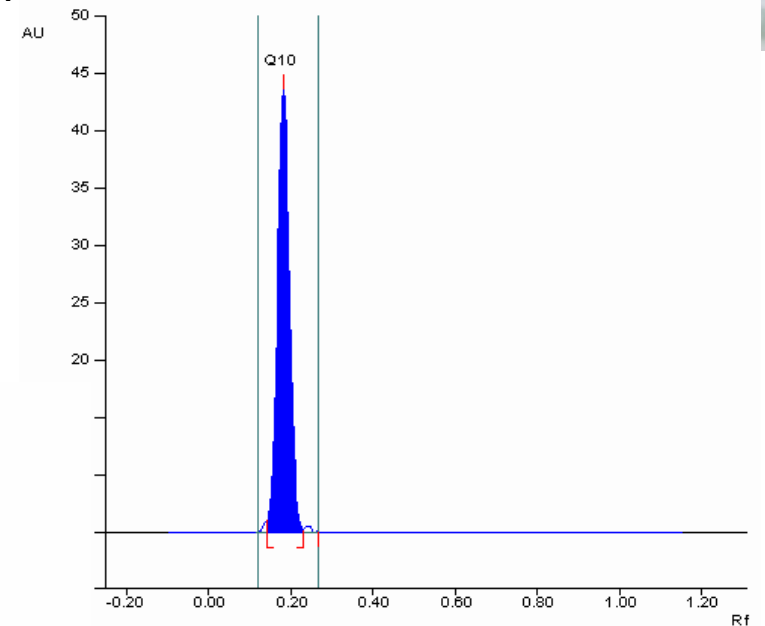
## Однородность дозирования

Быстрое определение однородности дозирования 6 партий мягких желатиновых капсул Coenzyme Q1

- С помощью CAMAG TLC Scanner 4 и ПО winCATS в режиме поглощения при 282 nm с использованием D2 лампы; расчет по высоте пика, линейная зависимость в диапазоне 20 – 50 ng



Track 2 , ID: S7897-01 no 1 capsule in 50 ml Tol diluted 1:40



## Однородность дозирования

Быстрое определение однородности дозирования 6 партий мягких желатиновых капсул Coenzyme Q10

Время для проведения теста однородности дозирования 6 партий из 10 образцов и 12 стандартов на одной пластине



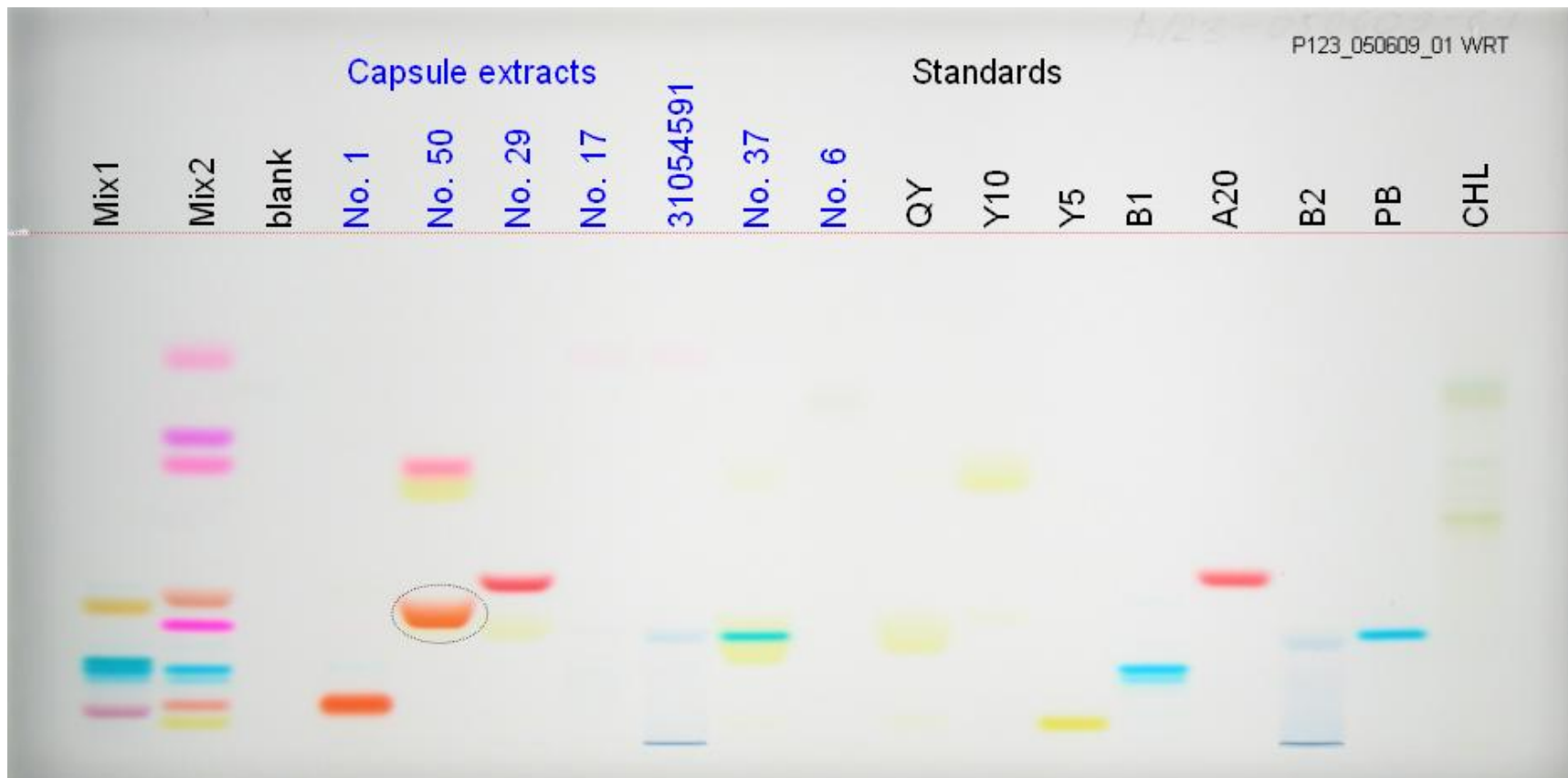
Фарма

Шаги	МИН
Нанесение 72 дорожек с помощью автосамплера ATS 4	64
Элюирование на горизонтальной камере HDC	6
Сушка пластины	10
Обработка на TLC Scanner 4	6
<b>Total time required</b>	<b>86 мин</b>

Расчет однородности дозирования согласно USP 34 (<905>, с. 403)

X(Average)			Target content T (label claim)	30 ng
29.53 ng			Average (calculated)	30.08 ng
			Mean of individual contents expressed as a percentage of the label claim $\bar{X}$ (calcul.)	$\bar{X} = 100.25$
X(Average)	X(Average)	X(Average)	Sample standard deviation s (calcul.)	s = 2.76
31.28 ng	30.43 ng	28.64 ng	Acceptability constant k (n=10)	k = 2.4
			M (case 1), if $98.5\% \leq \bar{X} \leq 101.5\%$	M = $\bar{X}$
X(Average)	X(Average)	X(Average)	Acceptance value AV	AV = $ M - \bar{X}  + ks$
30.17 ng	30.99 ng	30.35 ng	AV (calcul.)	<b>AV = 6.6</b>
			Max. allowed AV, L1 = 15.0	15.0
X(Average)	X(Average)	X(Average)		
30.05 ng	30.35 ng	28.97 ng		

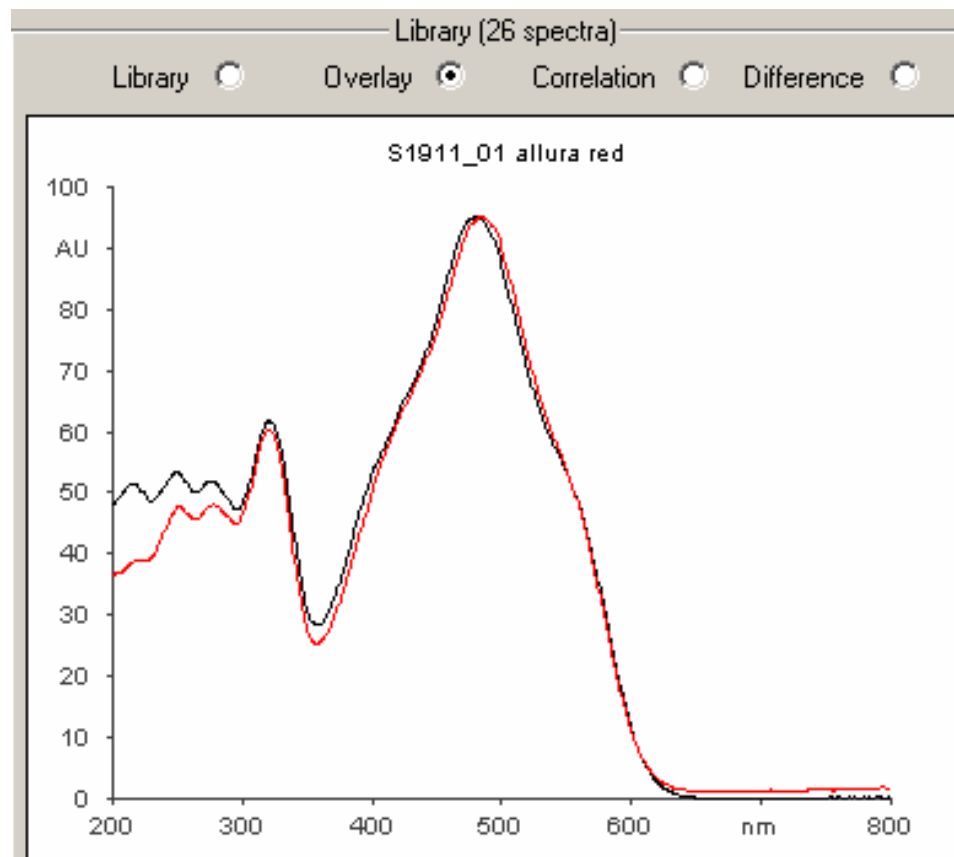
## Анализ красителей из капсул



## Анализ красителей из капсул



Фарма



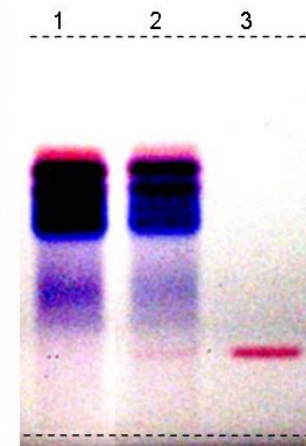
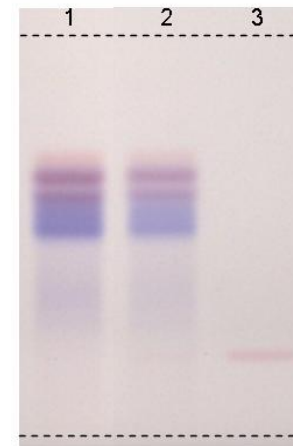
## Определение амаранта, как примеси экстракта черники



Фарма

Image white light

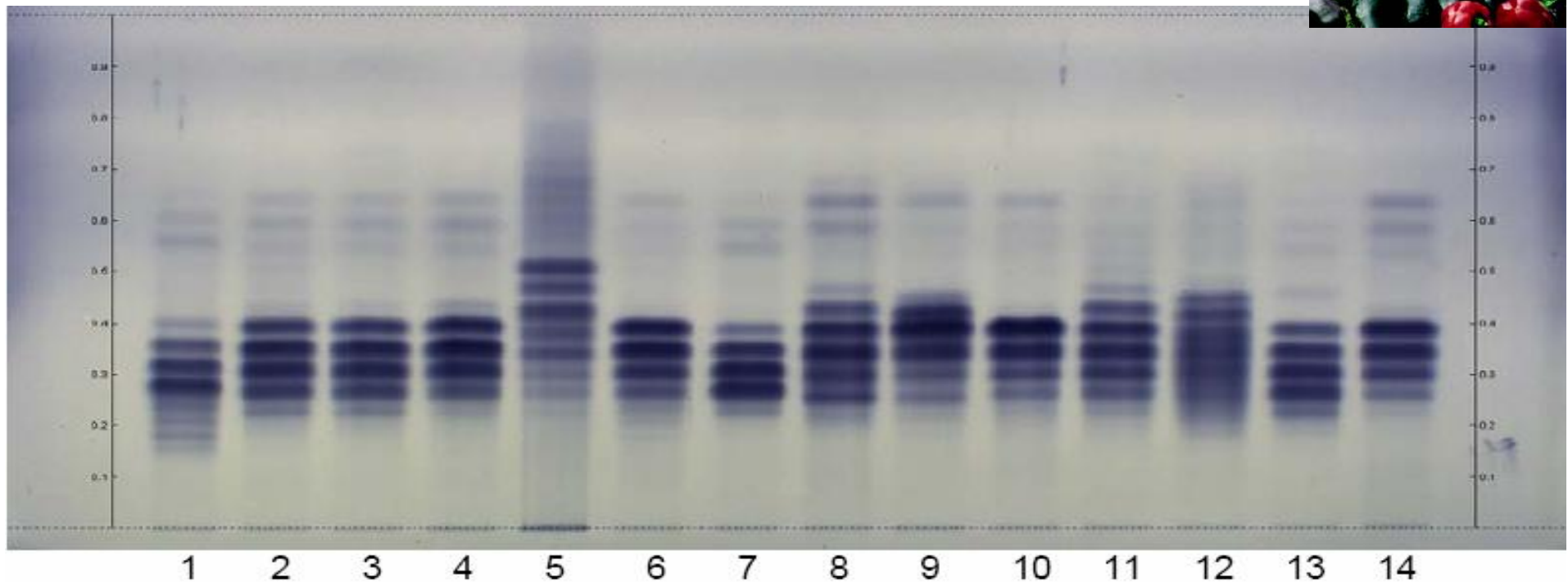
Image white light (enhanced)



- 1: Bilberry dry extract
- 2: Bilberry dry extract spiked with amaranth (spiking level 0.25 %)
- 3: Amaranth



## Идентификация масел

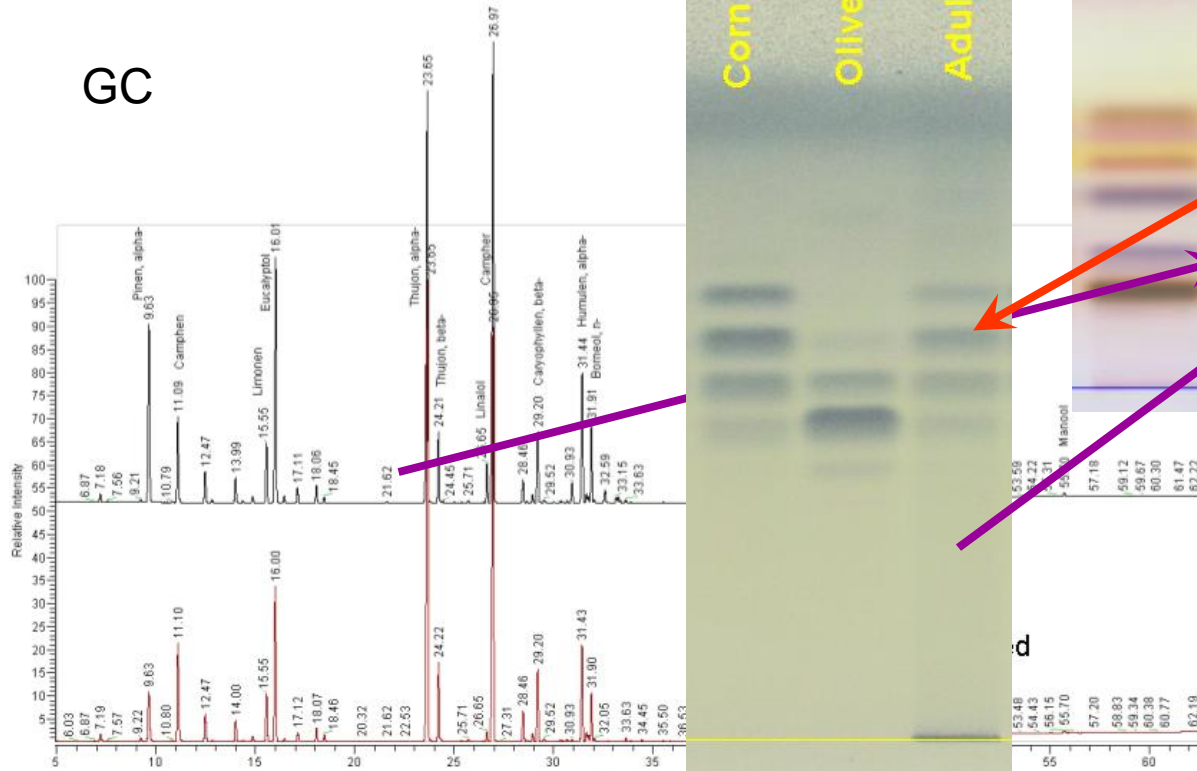


1: Arachis oil  
2: Sesame oil  
3: Sesame oil roasted  
4: Maize oil  
5: Linseed oil

6: Sunflower oil  
7: Almond oil  
8: Wheat germ oil  
9: Evening primrose oil  
10: Safflower oil type 1

11: Soy bean oil  
12: Borage oil  
13: Argan oil  
14: Grape seed oil

# Определение фальсификации



## «Отпечатки пальцев» (Флавоноиды) образцов зеленого чая из разных географических зон

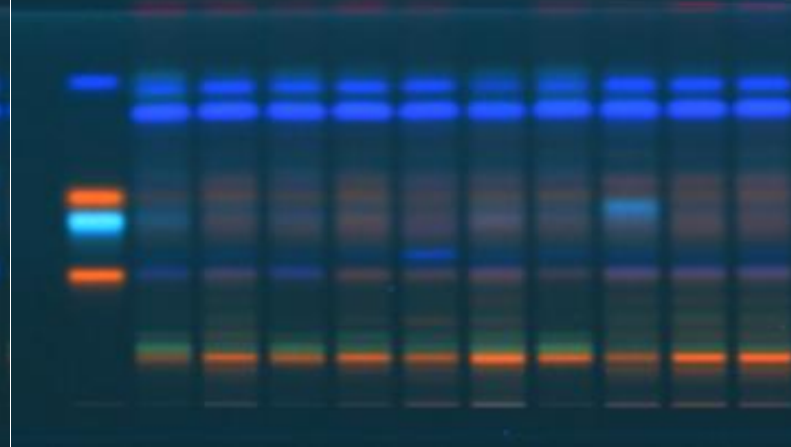


Травы, фито  
препараты

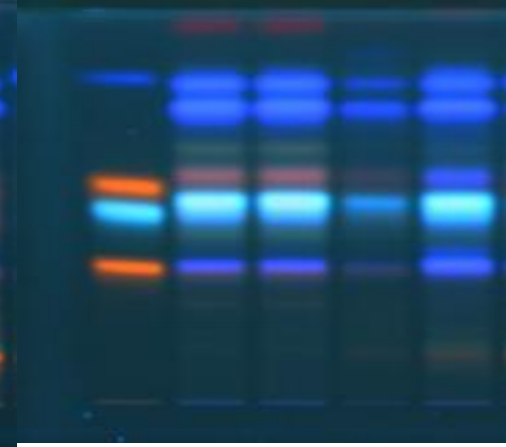
Зеленый чай из Китая



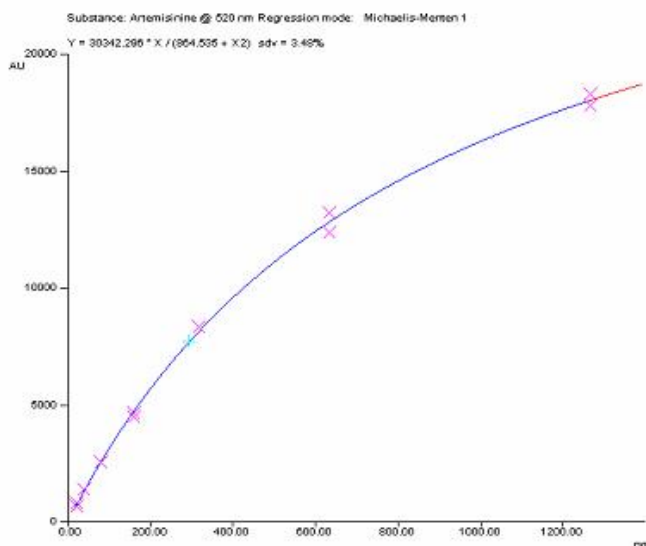
Зеленый чай из Японии



Зеленый чай из  
Индии



## ВЭТСХ анализ Артемизинина



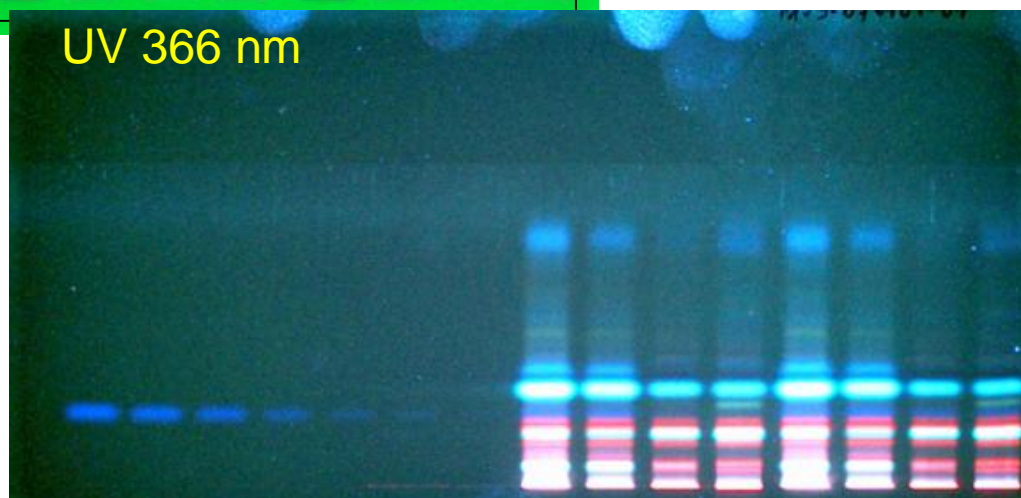
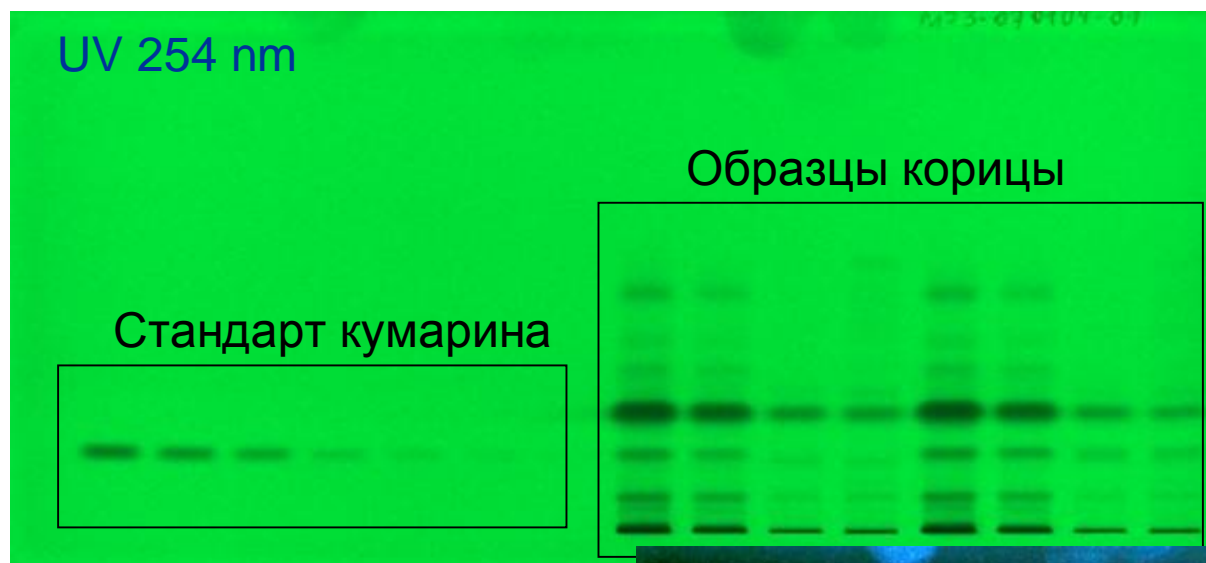
**Калибровочная функция для скрининга содержания артемизинина в сырье.**

Диапазон калибровки покрывает содержание артемизинина от 20 нг (0.05% в сухом сырье) до теоретически возможных 1300 нг (3.25%).

## Определение кумарина в коре



Травы, фито  
препараты

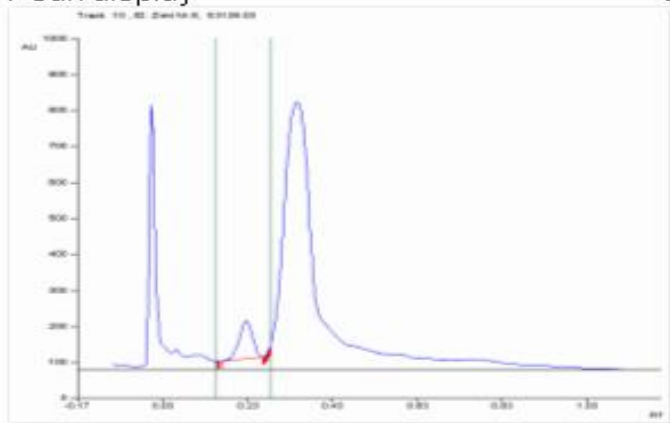


## Определение кумарина в корице

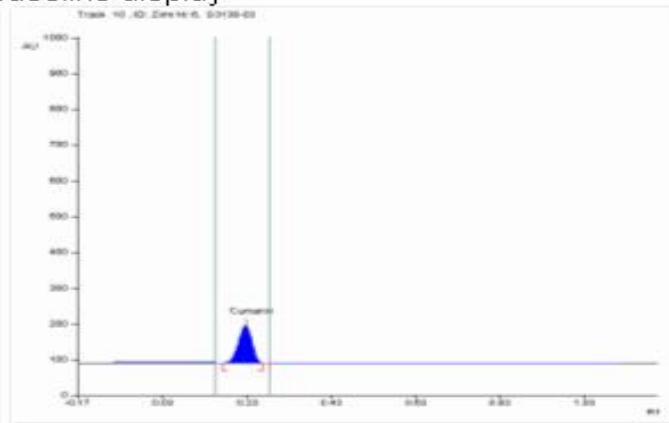


Травы, фито  
препараты

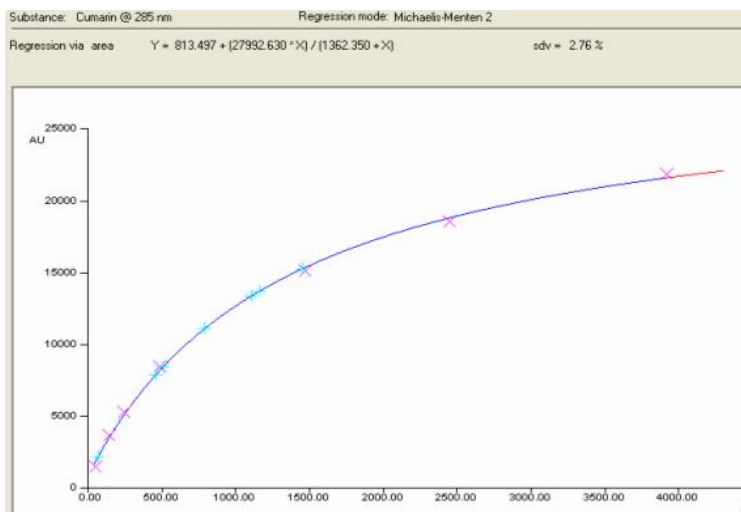
Peak display



Baseline display



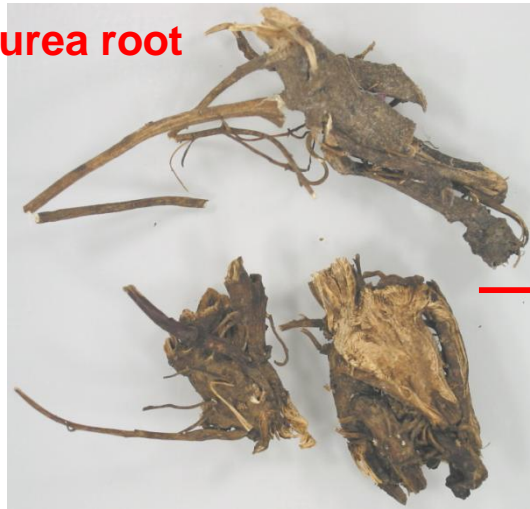
Хроматограмма образца № 6  
( дорожка 10): Кумарин 0,6г/кг



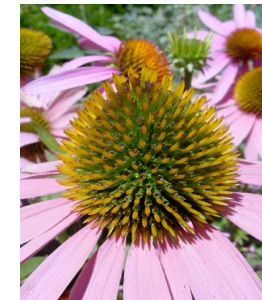
# Эхинацея



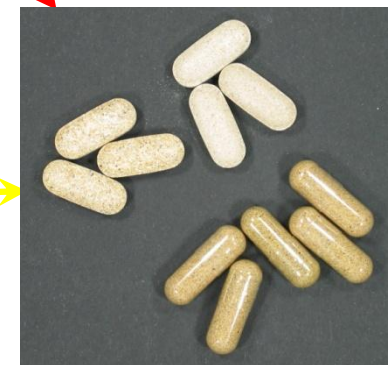
**E. purpurea root**



Травы, фито  
препараты



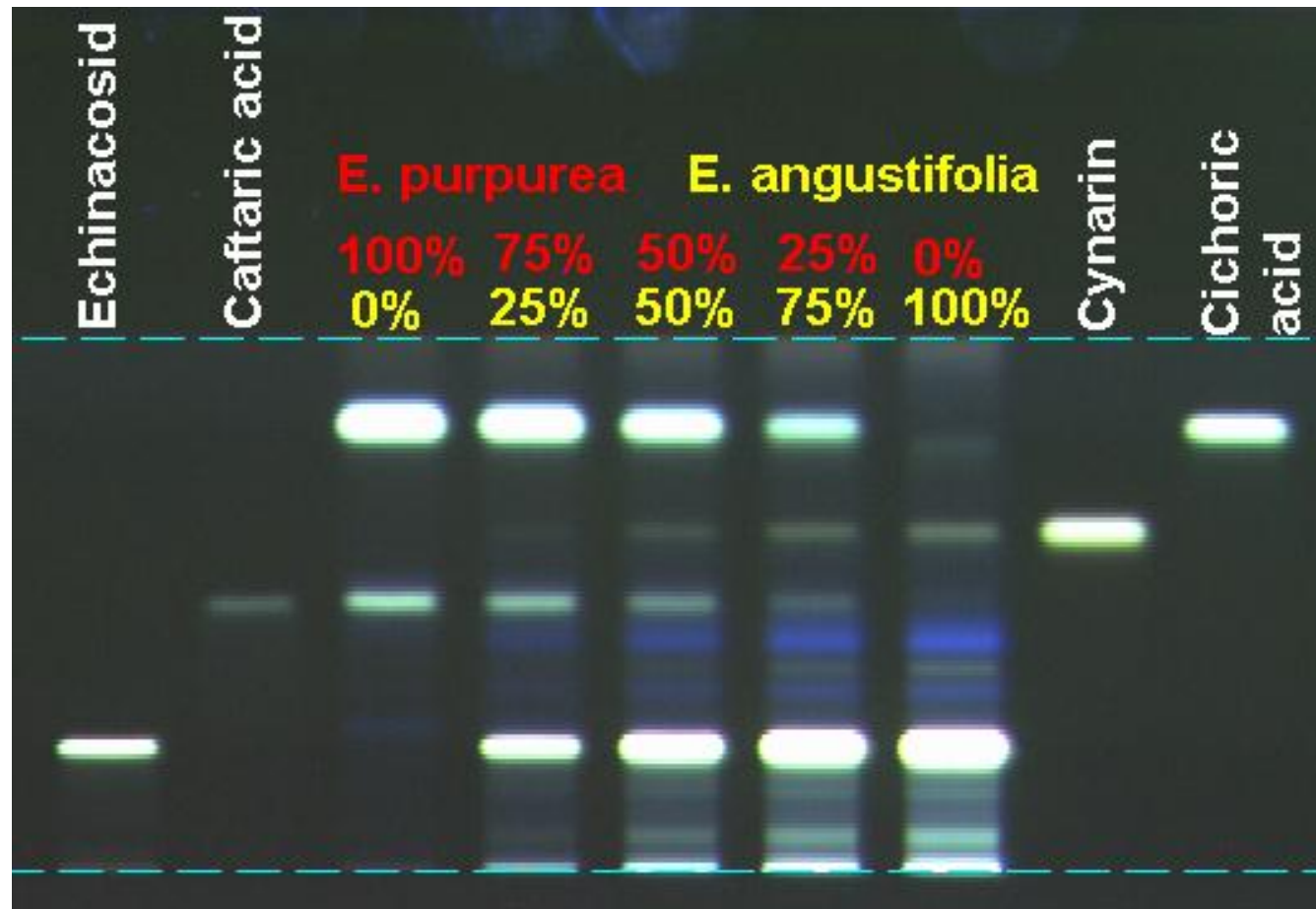
**E. angustifolia root**



## Эхинацея



Травы, фито  
препараты

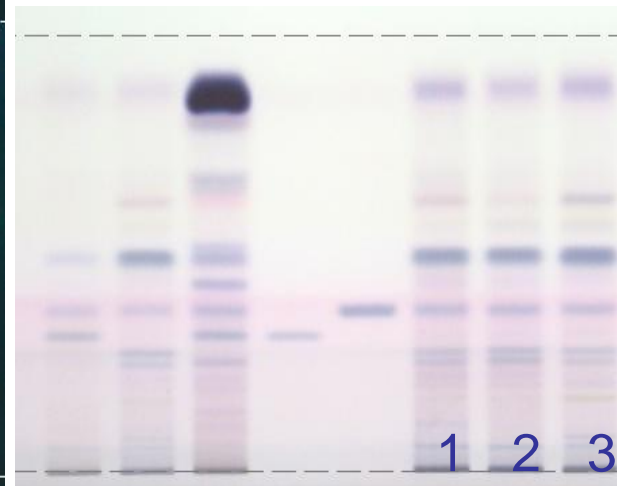
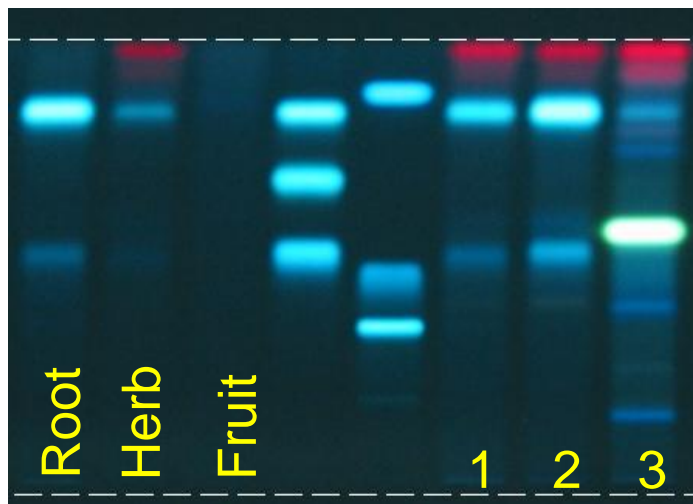




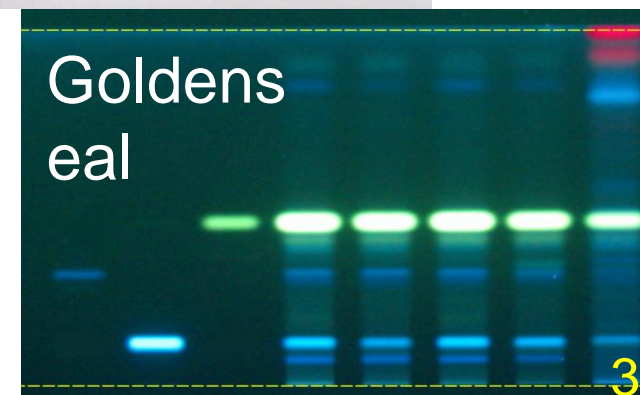
## Эхинацея. Анализ готового продукта.



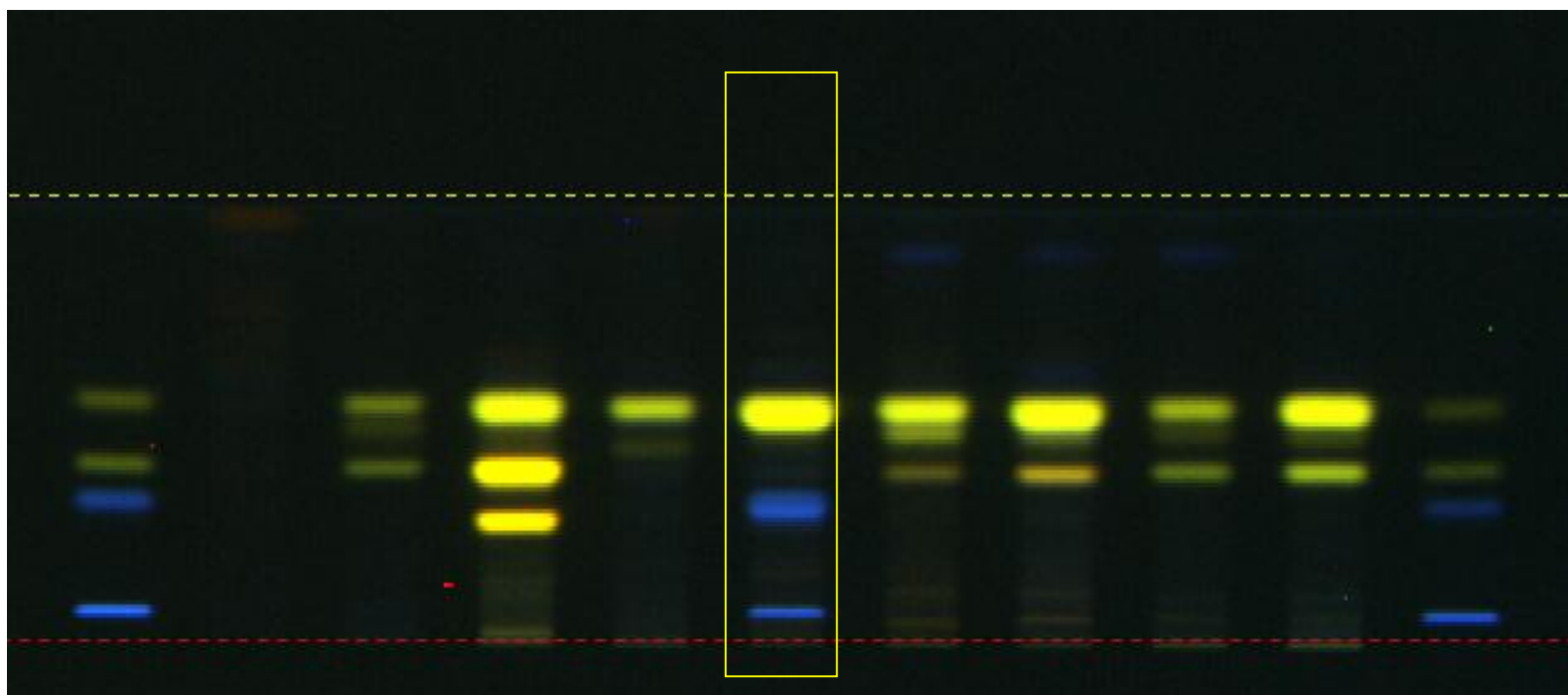
Травы, фито  
препараты



Product 1	Product 2	Product 3
Echinacea purpurea herb	Echinacea purpurea root 400 mg	Echinacea purpurea flowers 360 mg Hydrastis canadensis root 125 mg



## Определение алкалоидов



1 and 11: стандарты (гидрастинин, гидрастин, пальматин, берберин)

2: *Rumex crispus*

3: *Mahonia aquafolium*

4: *Coptis chinensis*

5: *Xanthorrhiza* sp. листья

6: *Hydrastis canadensis*

7: *Xanthorrhiza* sp. стебель

8: *Xanthorrhiza* root

9: *Berberis nervosa*

10: *Berberis vulgaris*

## Определение алкалоидов



Травы, фито  
препараты

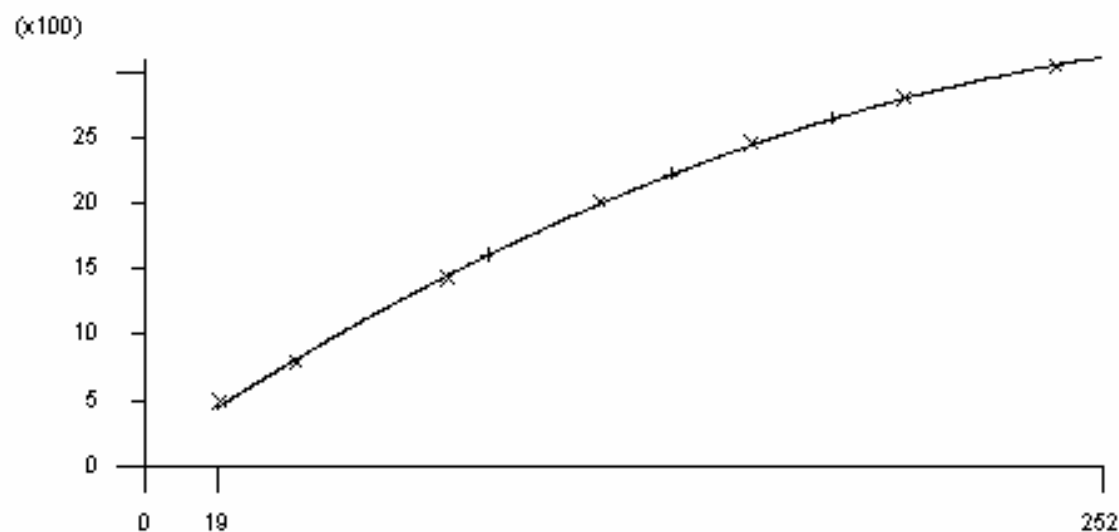


## Определение алкалоидов



Травы, фито  
препараты

Height calibration for substance: Hydrastine



POLYNOMIAL REGRESSION Calibration method

This calibration is based on 7 standards.

Calibration equation (Y = height X = amount detected (ng))

$$Y = 77.2 + 19.6 * x - 0.0299 * x^2$$

sdv = 1.46

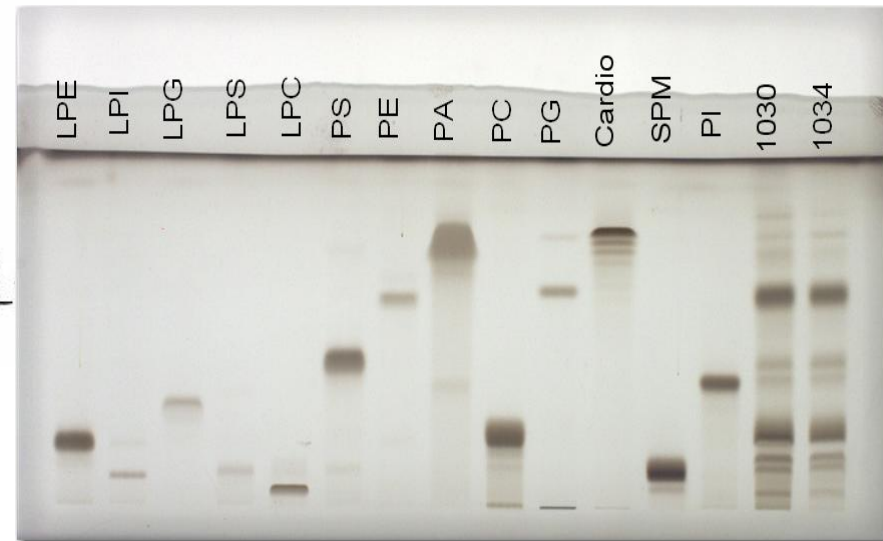
# Разделение липидов (Керамиды, фосфолипиды)

Метод из литературы

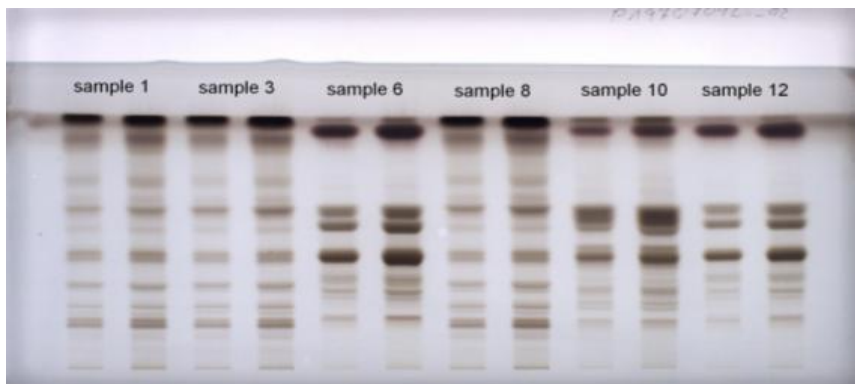


Косметика

ADC2



## Разделение липидов (Керамиды, фосфолипиды)



ADC 2

Подвижная фаза:  
CHCl<sub>3</sub>, MeOH, H<sub>2</sub>O,  
NH<sub>3</sub> 25% 60:34:4:2  
Влажность (47%)



Косметика



AMD 2

Универсальный 20-ти шаговый градиент от  
MeOH/H<sub>2</sub>O 98/2 через CHCl<sub>3</sub> до гексана,  
предкондиционирование 1 N NH<sub>3</sub> 25%

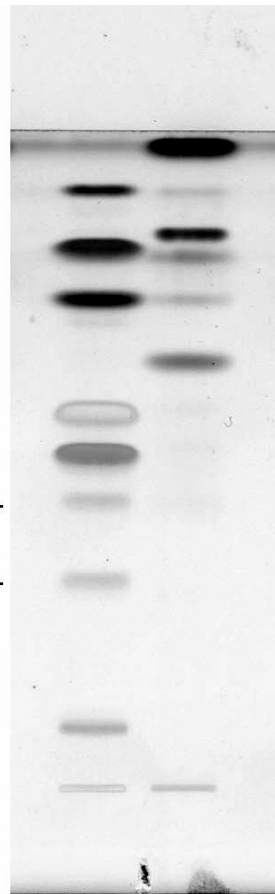
## Разделение липидов



Standards

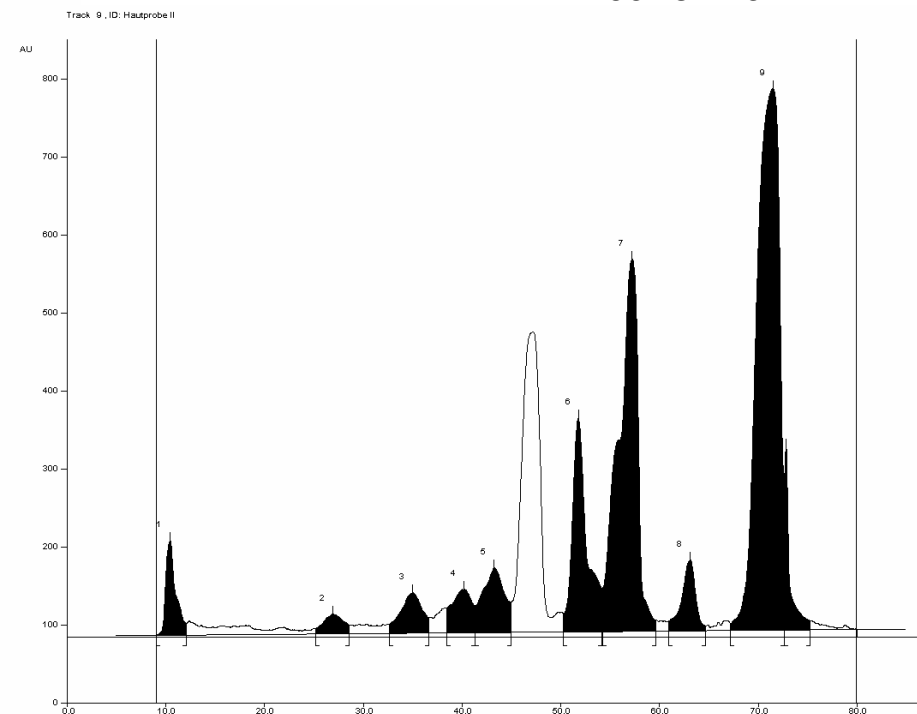
Cholesteryl oleate  
Palmitic acid /  
Tetracosanoic acid  
Cholesterol  
Ceramide NS  
Ceramide NP  
Ceramide AP  
Cholesteryl-3-sulfate

Detection:  
CuSO<sub>4</sub> in 8% phosphoric  
acid, 150°, 20min



Skin extract

Squalene  
Cholesteryl esters  
Free fatty acids  
Cholesterol  
Ceramide NS  
Ceramide NP  
Ceramide AP  
Ceramide AH

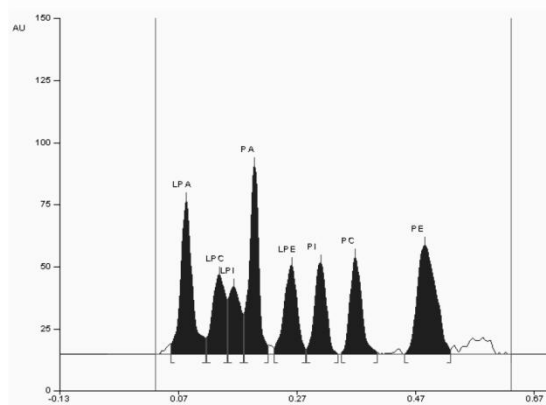


Косметика

## Разделение липидов AN CAMAG A91.1



Densitogram of eight phospholipids



Пластина: НРТLC Si 60 F<sub>254</sub>, 20 x10 см (Merck)

Нанесение: 2-10 мкл стандарта нанесены полосами 8 мм с расстоянием 2 мм, 8 мм от нижнего края пластины.

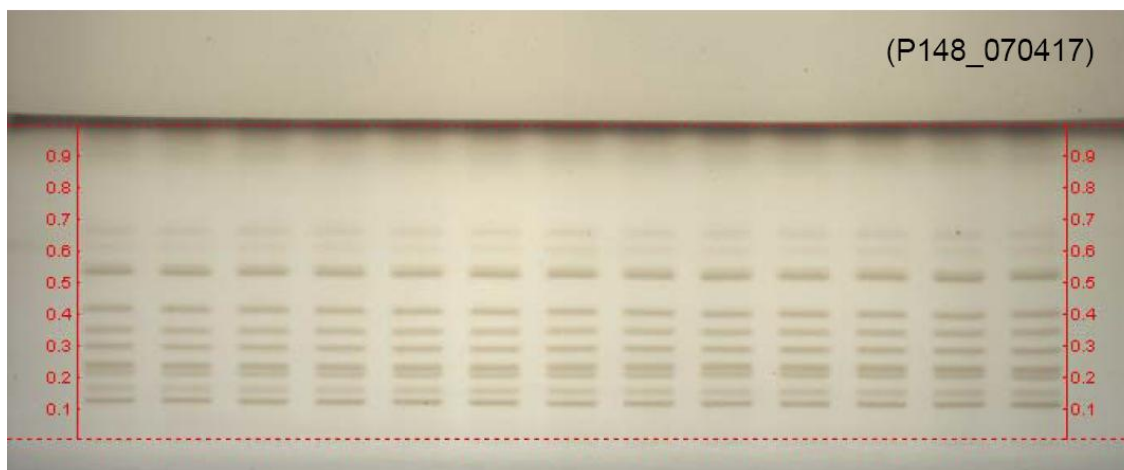
Подвижная фаза: Chloroform, Methanol, Water, Ammonia 25% (80:34:4:2)

Элюирование: ADC2 с контролем влажности при 47% отн., насыщ. KSCN

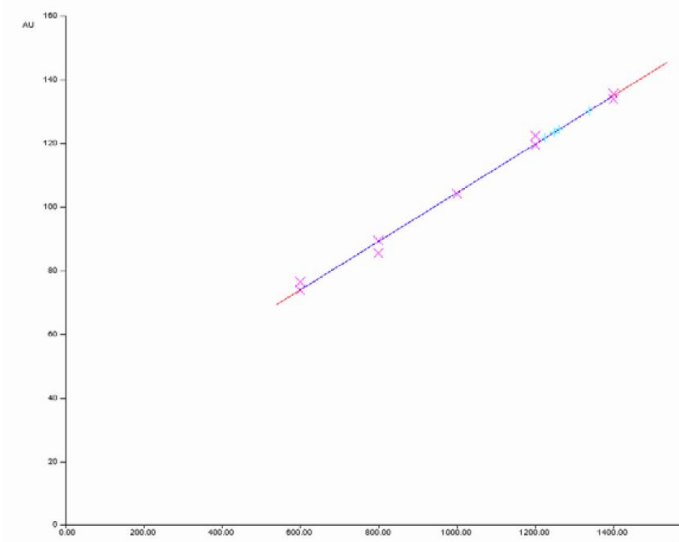
Дериватизация: Copper(II)sulfate: Погружение пластины в реагент на 6 с.

Денситометрия: CAMAG TLC Scanner 4 и ОП Wincats в режиме поглощения при 360 нм (D<sub>2</sub> лампа), 420 или 720 нм (W лампа). Расчет пиков по высоте и площади.

Косметика



Calibration function for phosphatidyl-choline (PC)



r = 0.99694, sdv = 1.81 %



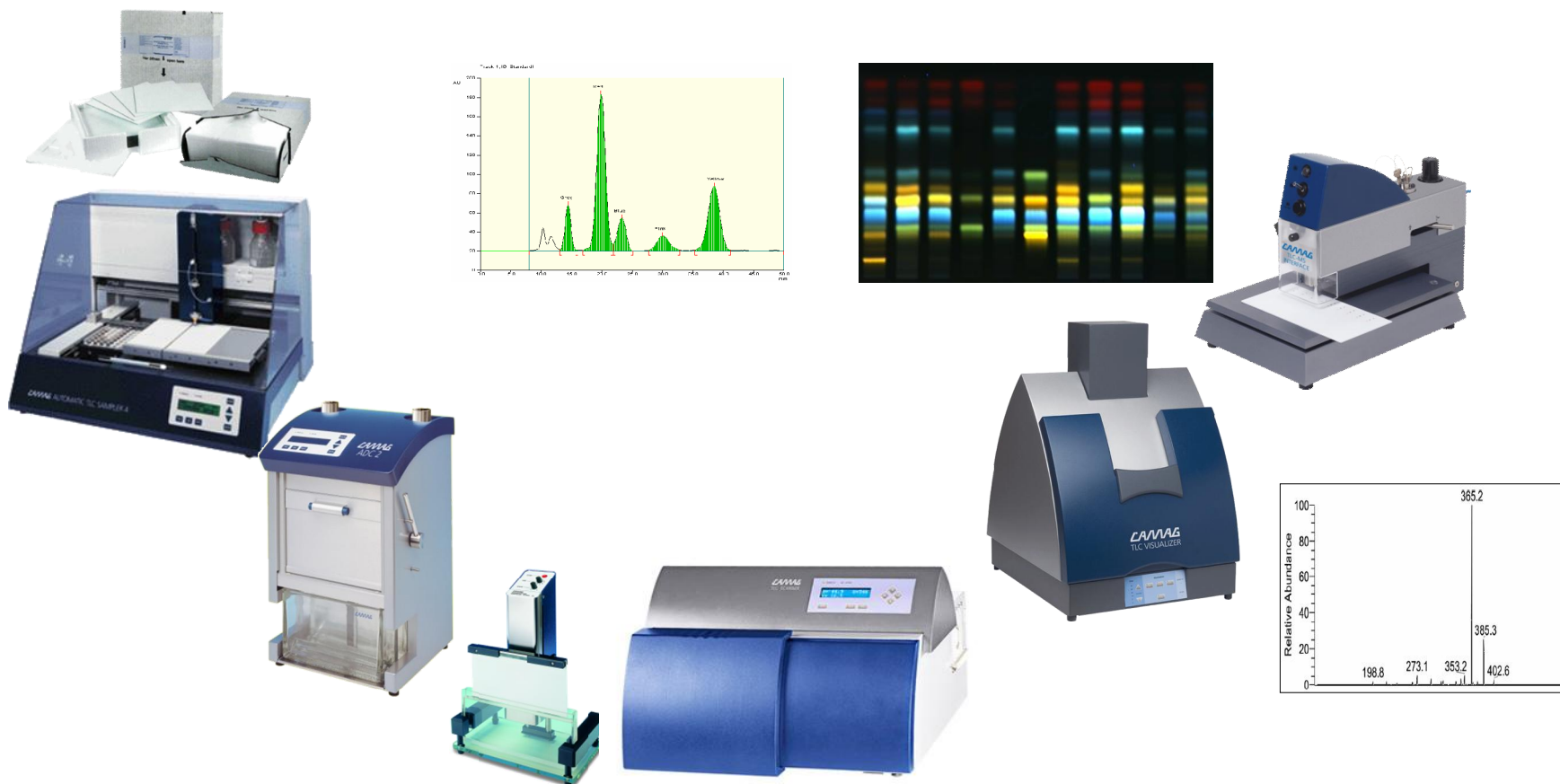
## Что предлагает КАМАГ?

- Полный спектр оборудования для ТСХ / ВЭТСХ
- Лабораторные исследования, изучение образцов заказчика, контрактные анализы
- Тренинги и обучения на Камаге или на территории заказчика
- Оксид алюминия для хроматографии

## Полный спектр оборудования для ТСХ



## Оборудование для ВЭТСХ



## Нанесение

### Точечное нанесение против полосок

Testdye III, application volume 1, 2 and 3 uL

**spotwise with ATS4**

**bandwise with ATS4**

n-hexane

toluene

methanol

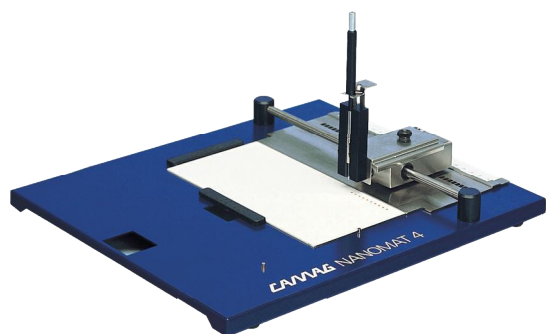
n-hexane

toluene

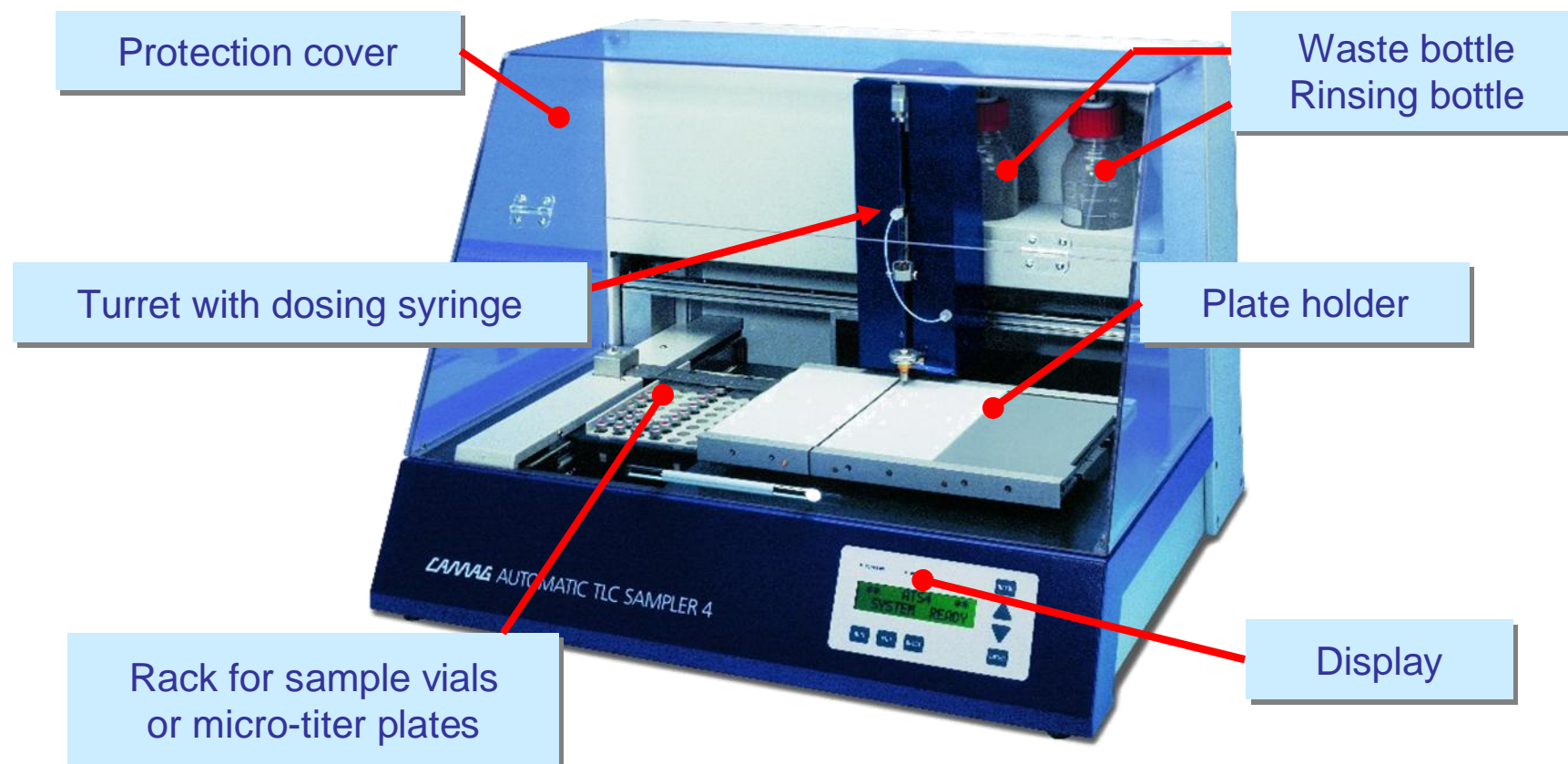
methanol



## Оборудование для нанесения



## Автосамплер ATS 4



## Автосамплер ATS 4



Contact transfer = Spots



Spray-on = Bands



Spray-on = rectangular



## Оборудование для элюирования





## Оборудование для элюирования

### Горизонтальные камеры HDC

- Элюирование с двух сторон
- Увеличение количества образцов в 2 раза
- Конфигурации «Sandwich» или «tank»
- Совместимость со всеми растворителями



## Сравнение ВЭЖХ и ВЭТСХ

- High throughput (46 runs in 15 min by (anti-)parallel development, 15 min-staggered offline system) → 1000 samples/8h-day
- Resulting in 20 s per sample with 330  $\mu$ L solvent consumption
- Almost no disposal costs < 0.01 Cent/sample
- Selective derivatization → compensates low separation power
- Reduced sample preparation: no SPE
- Analysis without acetonitrile!



- Ultra-rapid HPLC with 2 min gradient: 720 runs/24-h day
- Sample preparation: Need of SPE for MS or ELSD as detector

## Оборудование для элюирования

### **CAMAG ADC 2**

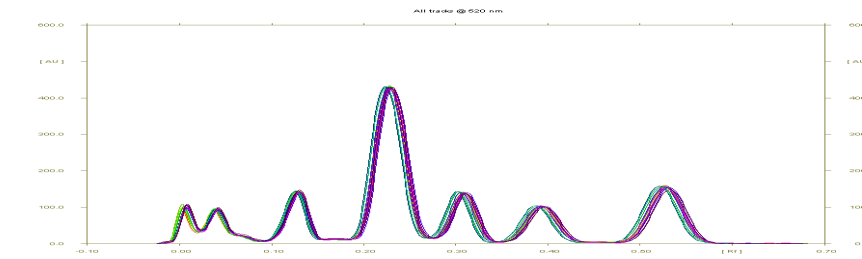
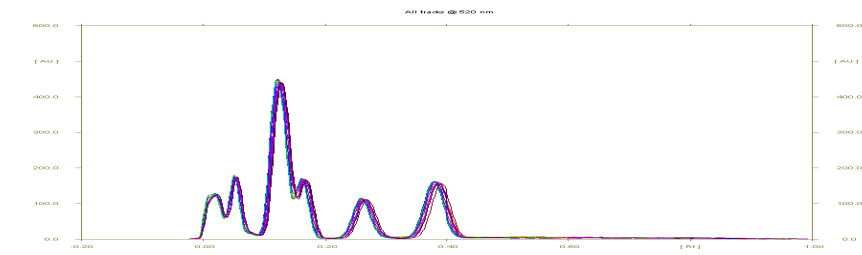
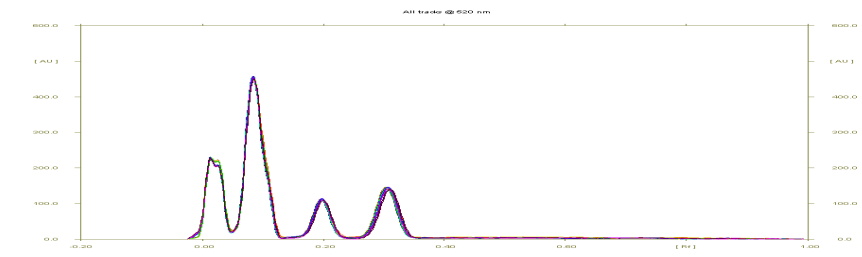
Хроматографическое элюирование  
в стандартизированных условиях в  
обычных стеклянных камерах

- полностью автоматически
- контроль насыщения
- контроль влажности
- непревзойденная  
воспроизводимость



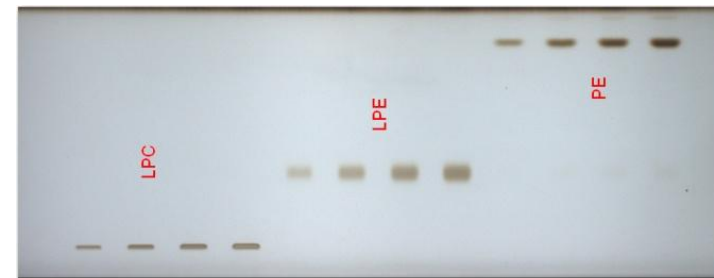
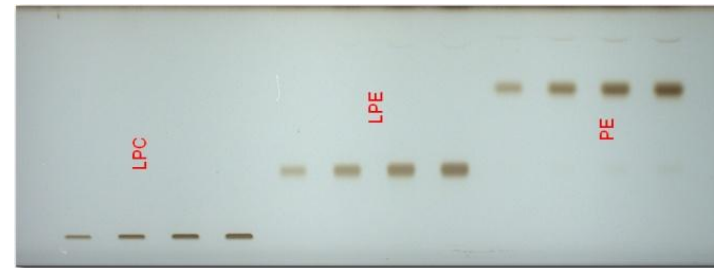
## ADC2: Влияние влажности на Rf

- 17% р.Н. 18 дорожек
- 47% р.Н. 18 дорожек
- 75% р.Н. 18 дорожек

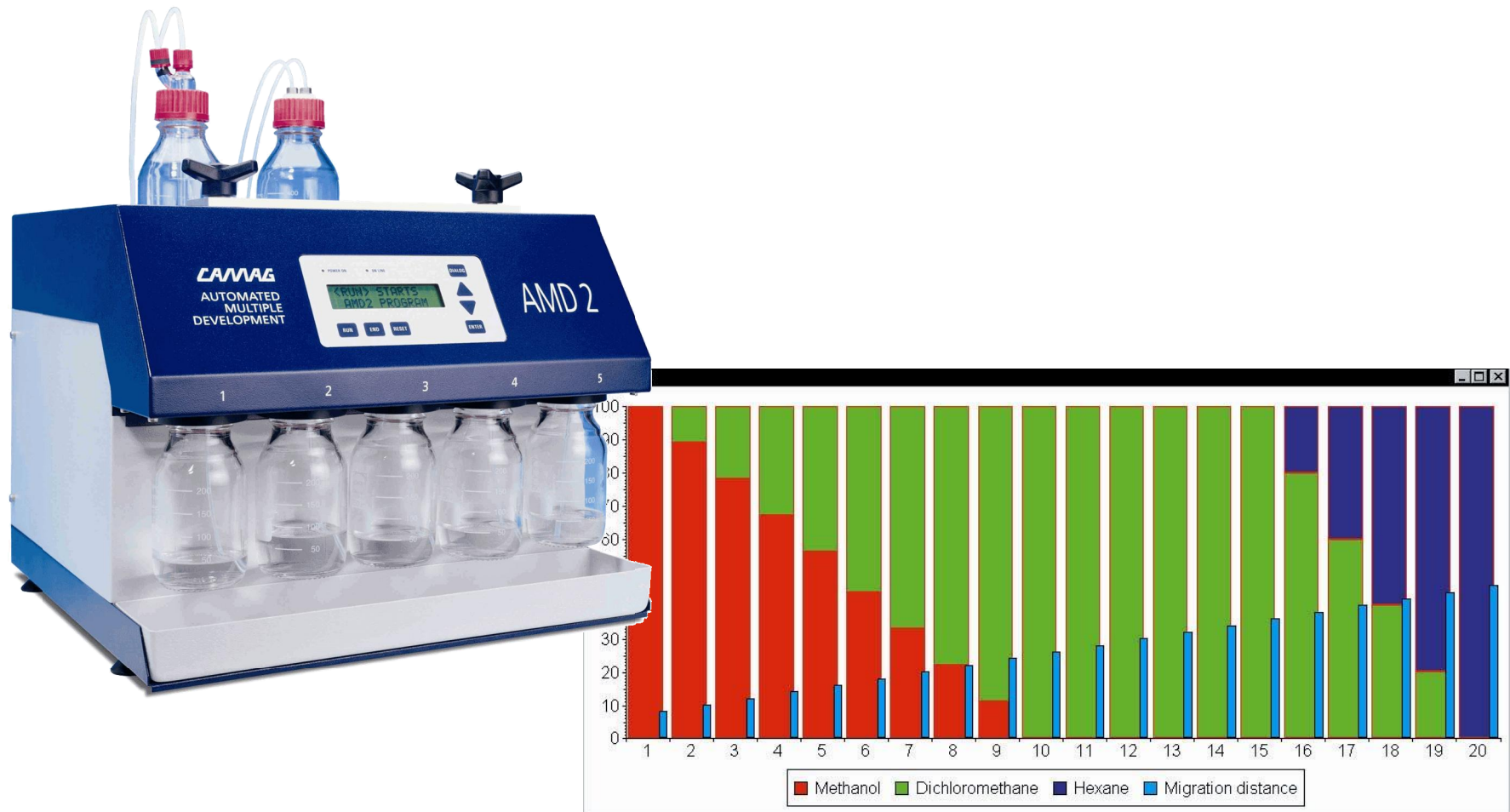


## ADC 2 с опцией контроля влажности

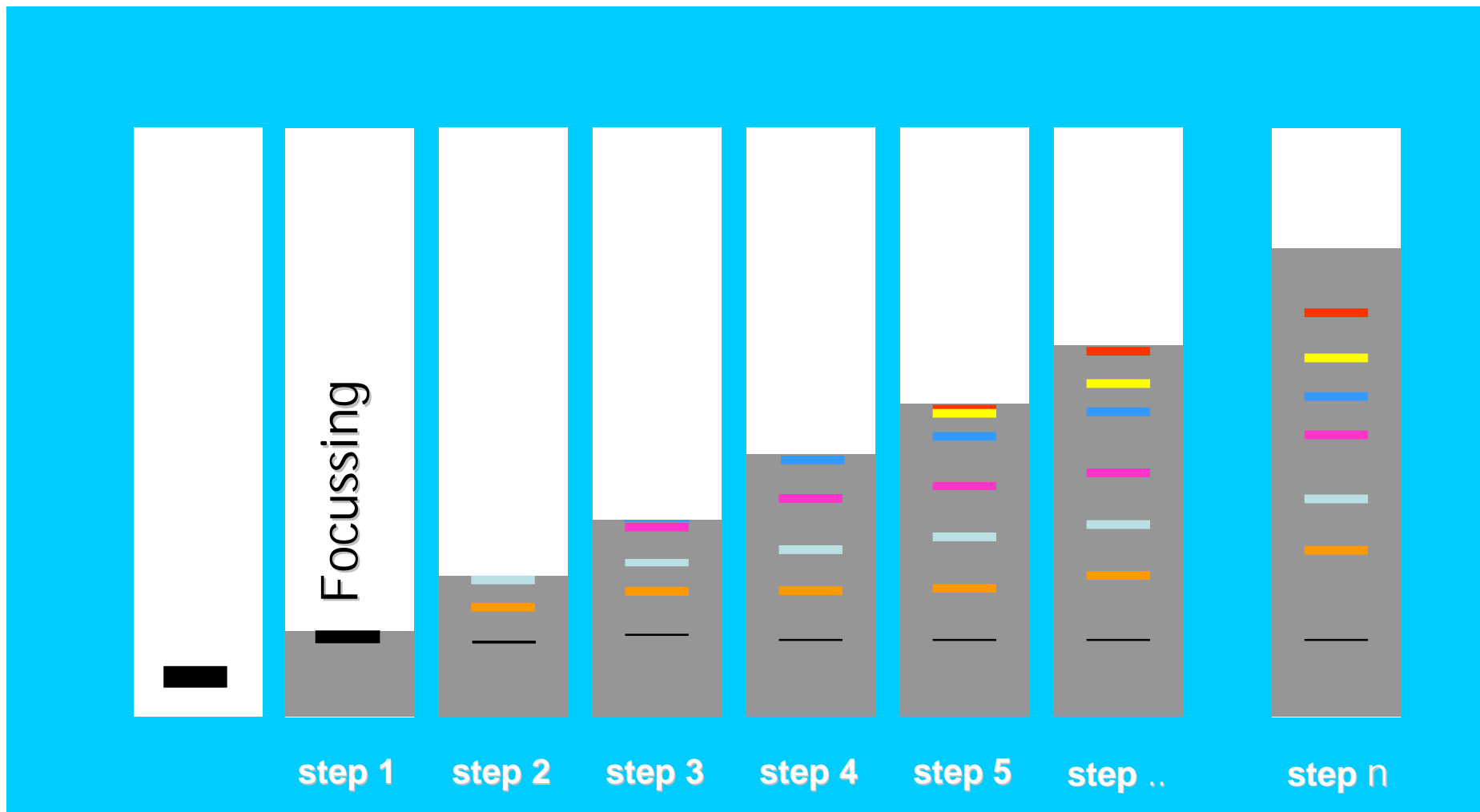
- Фосфолипиды при влажности 1% отн.
- Фосфолипиды при влажности 24% отн.
- Фосфолипиды при влажности 46% отн.



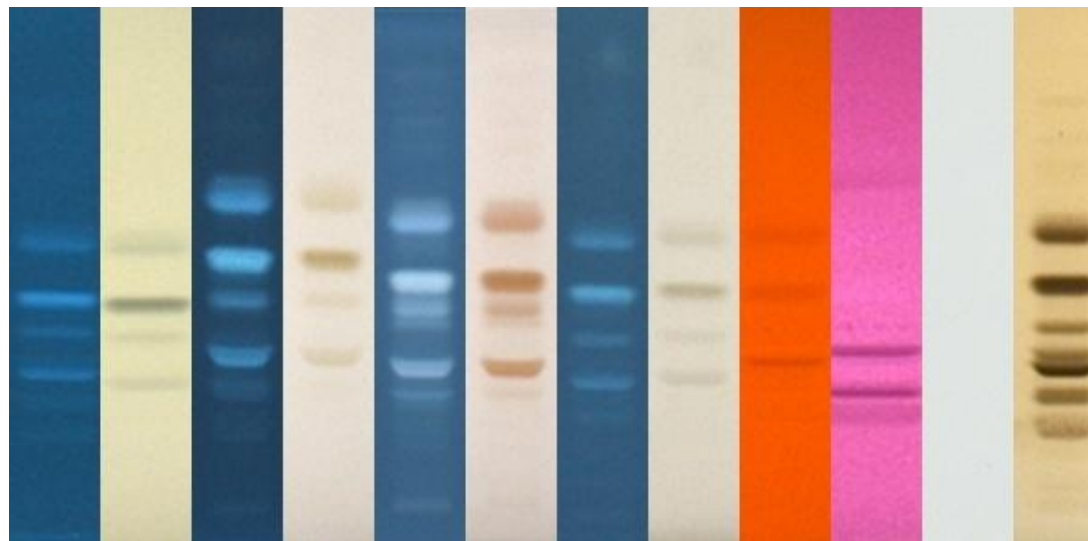
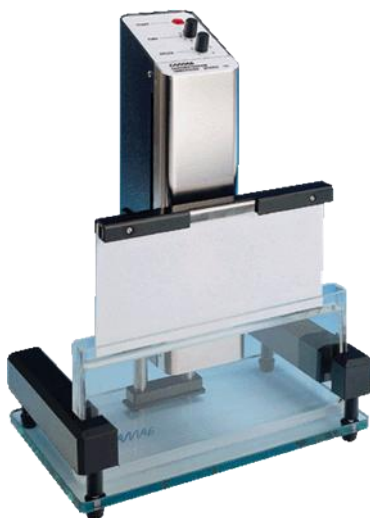
## AMD 2: градиентное элюирование



## Принцип AMD 2



## Пост-хроматографическая дериватизация фосфолипидов



1,2: zirconium (IV) oxide chloride reagent

3,4: ammonium molybdate reagent

5,6: antimony (III) chloride reagent

7,8: copper(II) sulfate reagent

9,10: rhodamine B reagent

11: blank;

12: modified copper(II) reagent. Odd numbered tracks, (except 11) under UV 366 nm, even numbered tracks under white light.

**Фото дорожек взяты с различных пластин с помощью ПО Comparison Viewer**



## Дериватизация: Опрыскивание или погружение?



Дихлорохинон хлороимид /  
пары аммиака

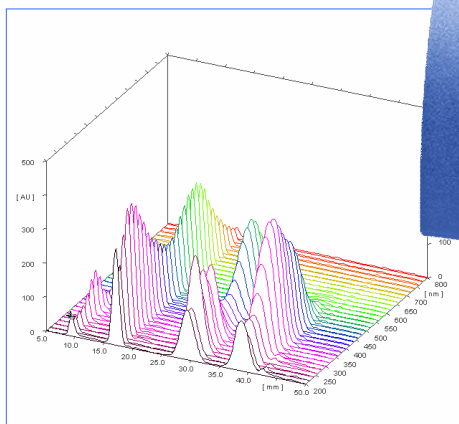
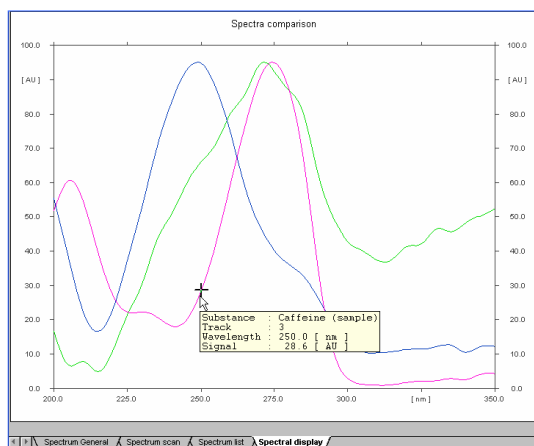


## Нагреватель пластин TLC Plate heater III

- Однородность температуры по всей поверхности нагревателя
- Установка температуры от комнатной до 200°
- Постоянная индикация температуры поверхности



## Количественное определение



## Новый TLC Scanner

- Расширенный спектральный диапазон 190nm-900nm
- Улучшенное соотношение сигнал/шум
- До 36 дорожек по 100 веществ на каждой
- Соответствует требованиям GMP/GLP и 21 CFR Part 11
- Небольшие размеры
- Полностью автоматическое сканирование
- Новый дизайн для большего комфорта пользователя



## Детектирование – интегрирование - расчет

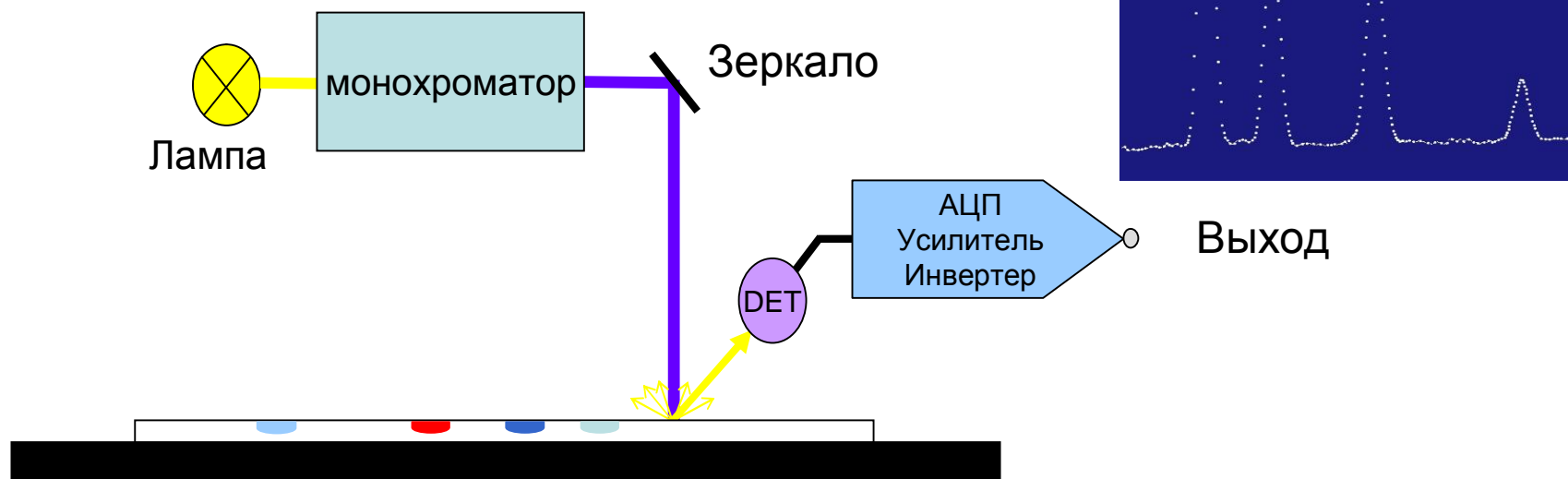
- В режиме 'Детектирование' поглощение и/или флуоресценция аналита на ТСХ/ВЭТСХ пластине измеряется и переводится в аналоговую кривую.
- 'Интегрирование' использует математические функции для извлечения высоты и/или площадей пика из аналоговой кривой (хроматограммы).
- 'Расчет' позволяет пересчитать через высоты или площади пиков количества разделенных ранее аналитов.

При этом используются стандартные вещества, находящиеся на этой же пластине с известным количественным содержанием.

## ТСХ Сканер

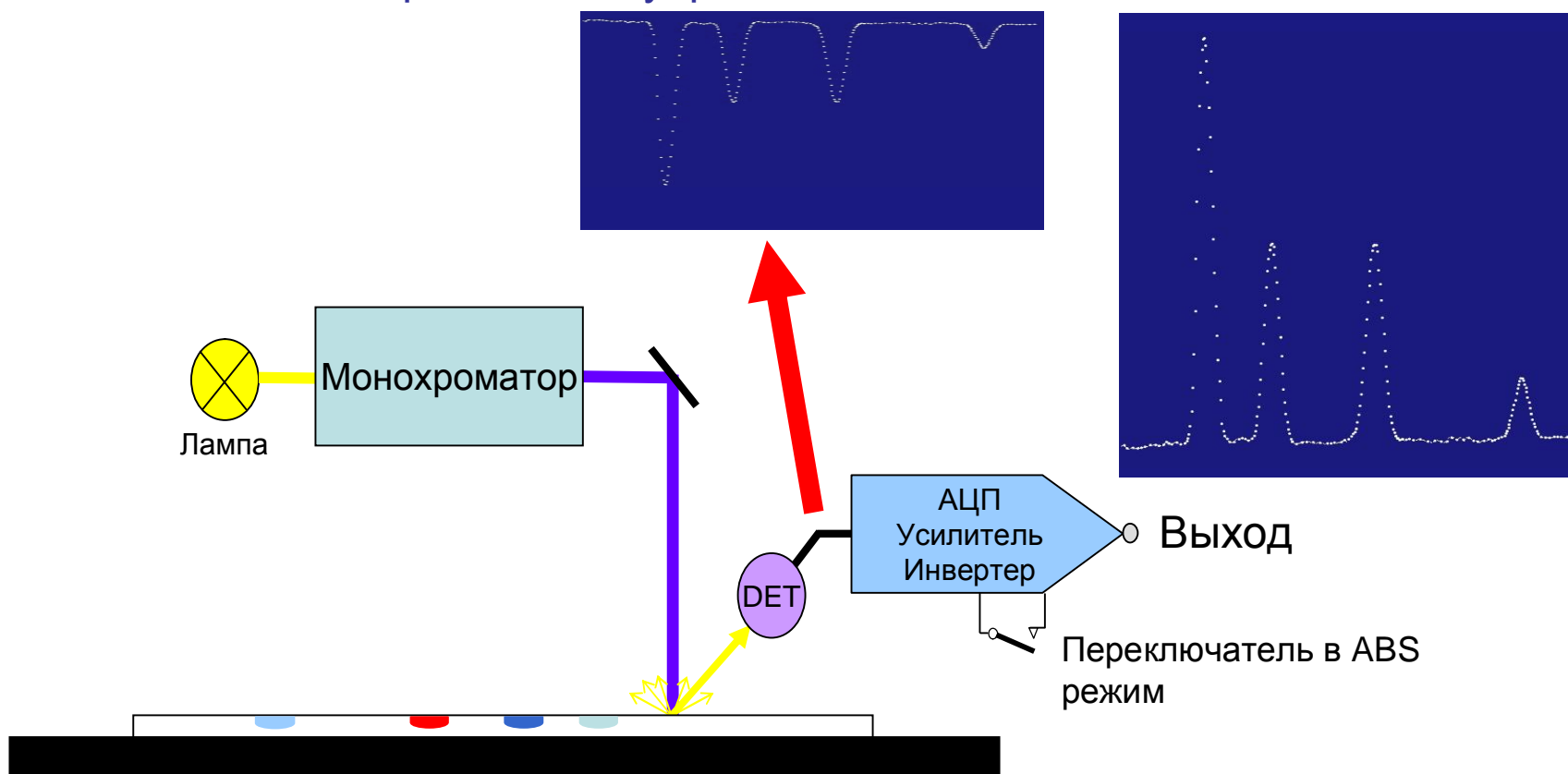
Сканирование в режиме поглощения:

- пластина перемещается под пучком света
- отраженный свет фиксируется детектором
- сигнал трансформируется в аналоговую кривую



## ТСХ Сканер

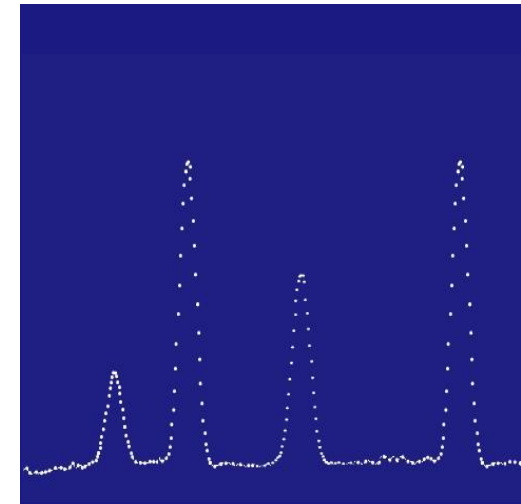
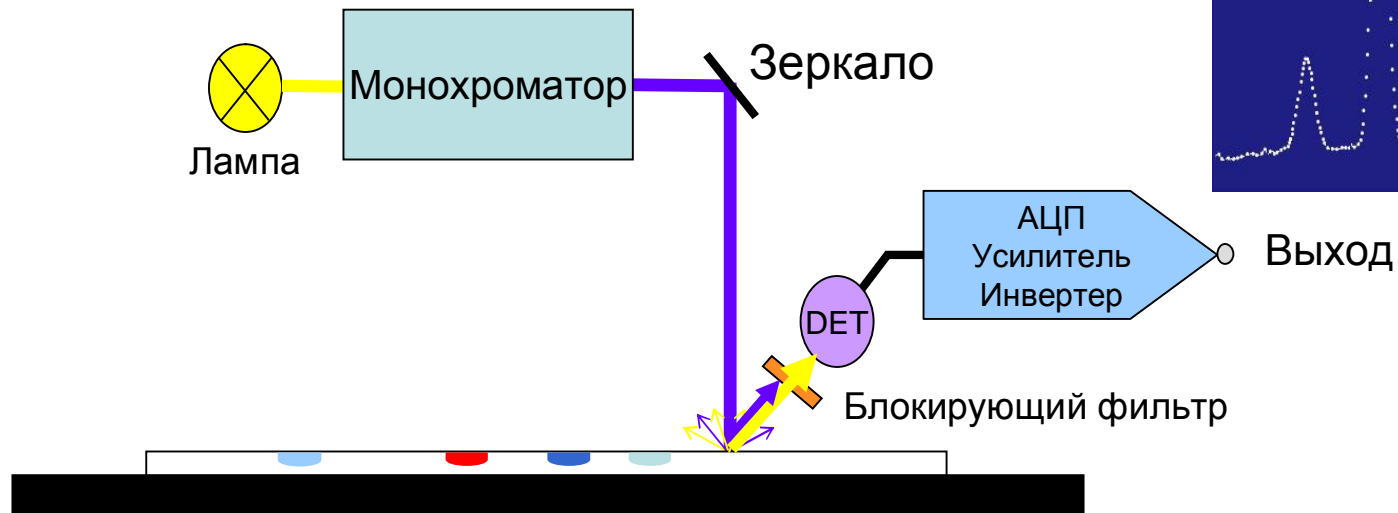
Тот же самый детектор как для режима  
'Поглощение' так и режима 'Флуоресценция'



## ТСХ Сканер

Сканирование в режиме флуоресценции:

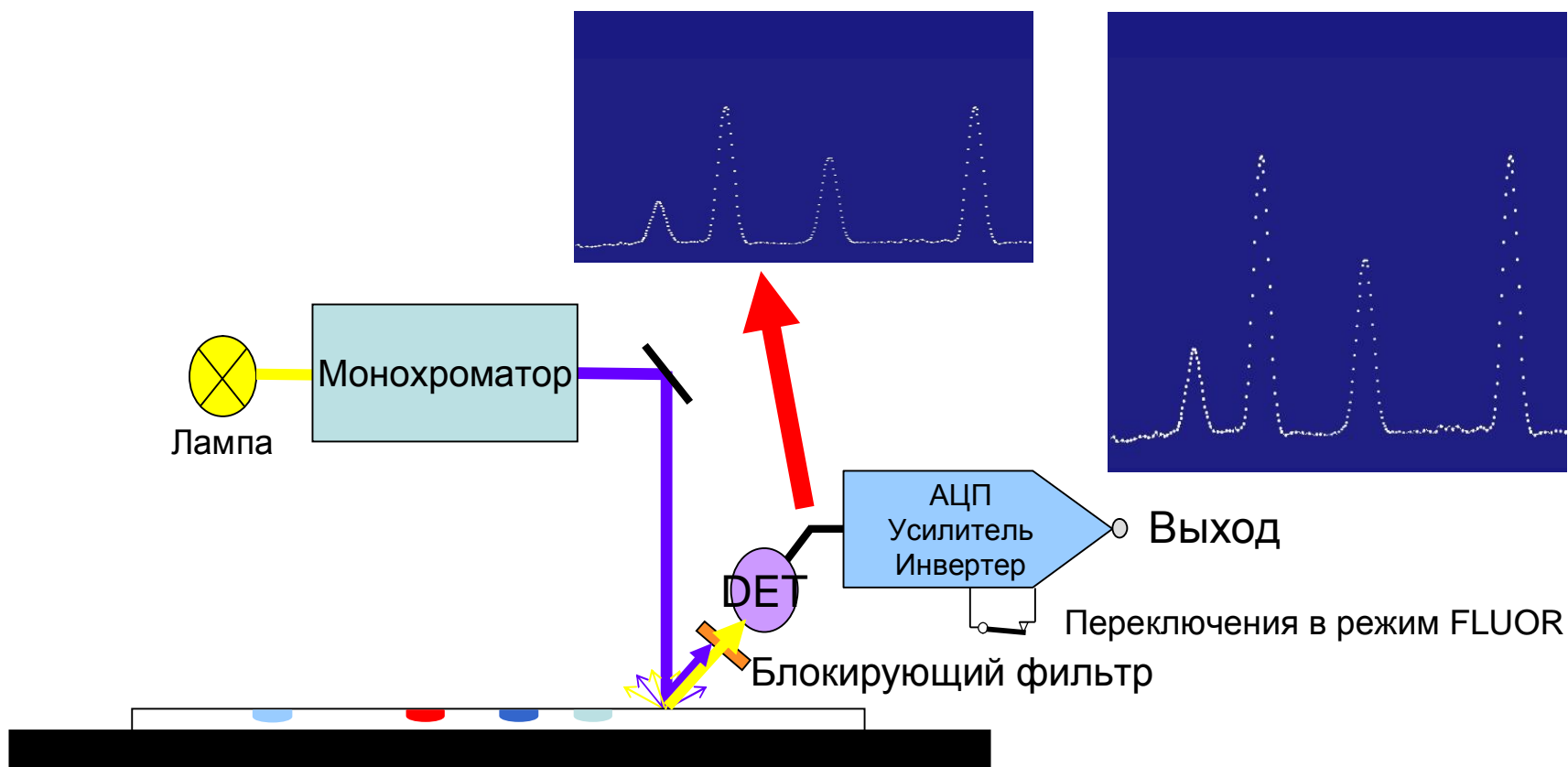
- пластина перемещается под пучком света с длиной волны возбуждения
- отраженный свет блокируется фильтром
- флуоресцентное излученный проходит через фильтр и фиксируется детектором
- сигнал трансформируется в аналоговую кривую





## ТСХ Сканер

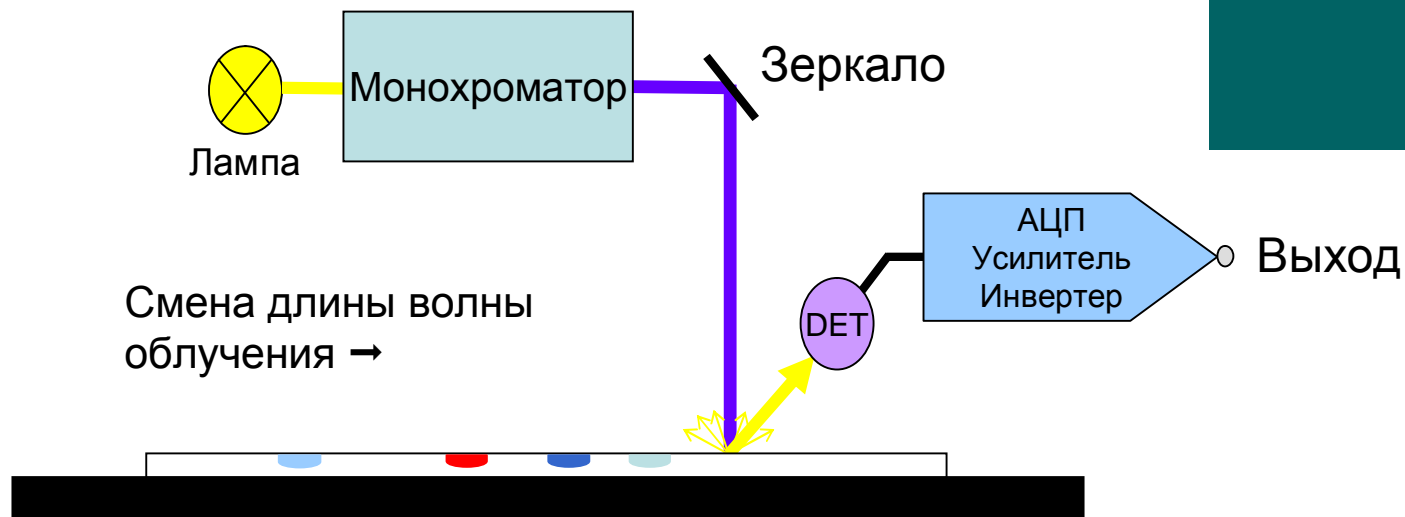
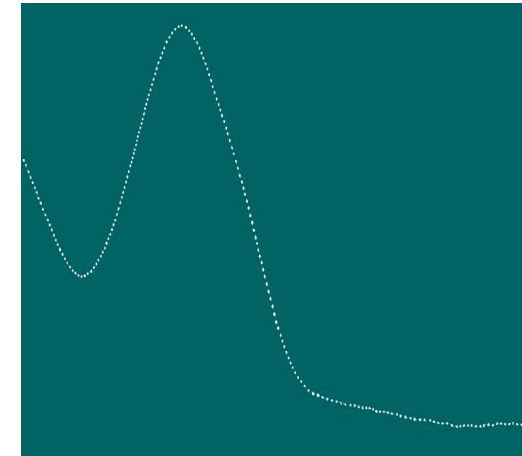
Тот же самый детектор как для режима  
'Поглощение' так и режима 'Флуоресценция'



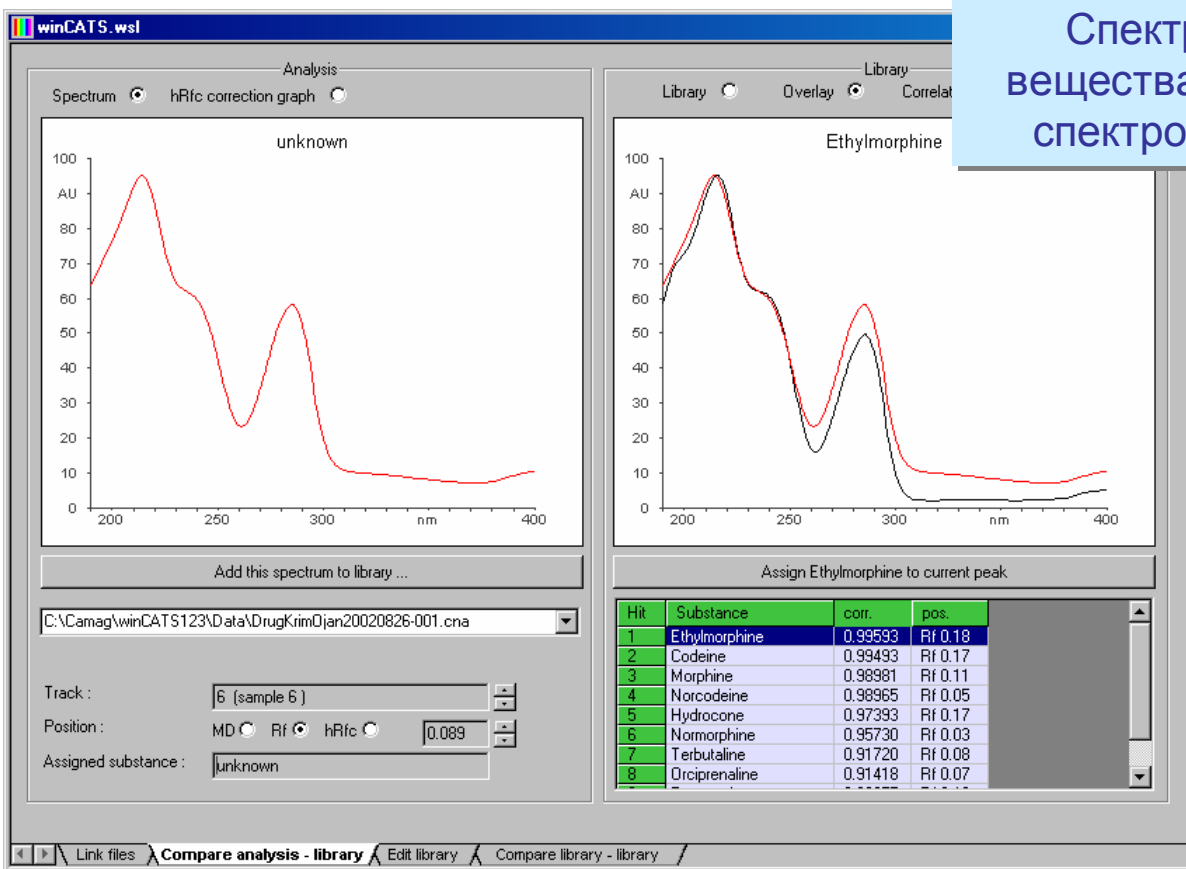
## ТСХ Сканер

Сканирование в режиме снятия спектра:

- пластина перемещается в позицию с x-y координатами аналита
- меняется длина волны монохроматора
- отраженный свет фиксируется детектором
- сигнал трансформируется в аналоговую кривую



## Библиотека спектров



The screenshot displays the winCATS software interface. On the left, the 'Analysis' window shows a spectrum for an 'unknown' sample. On the right, the 'Library' window shows a reference spectrum for 'Ethylmorphine'. A callout box highlights that the unknown spectrum is being compared to the library spectrum. Below the library spectrum is a table of search results.

Спектр неизвестного вещества сравнивается со спектром из библиотеки

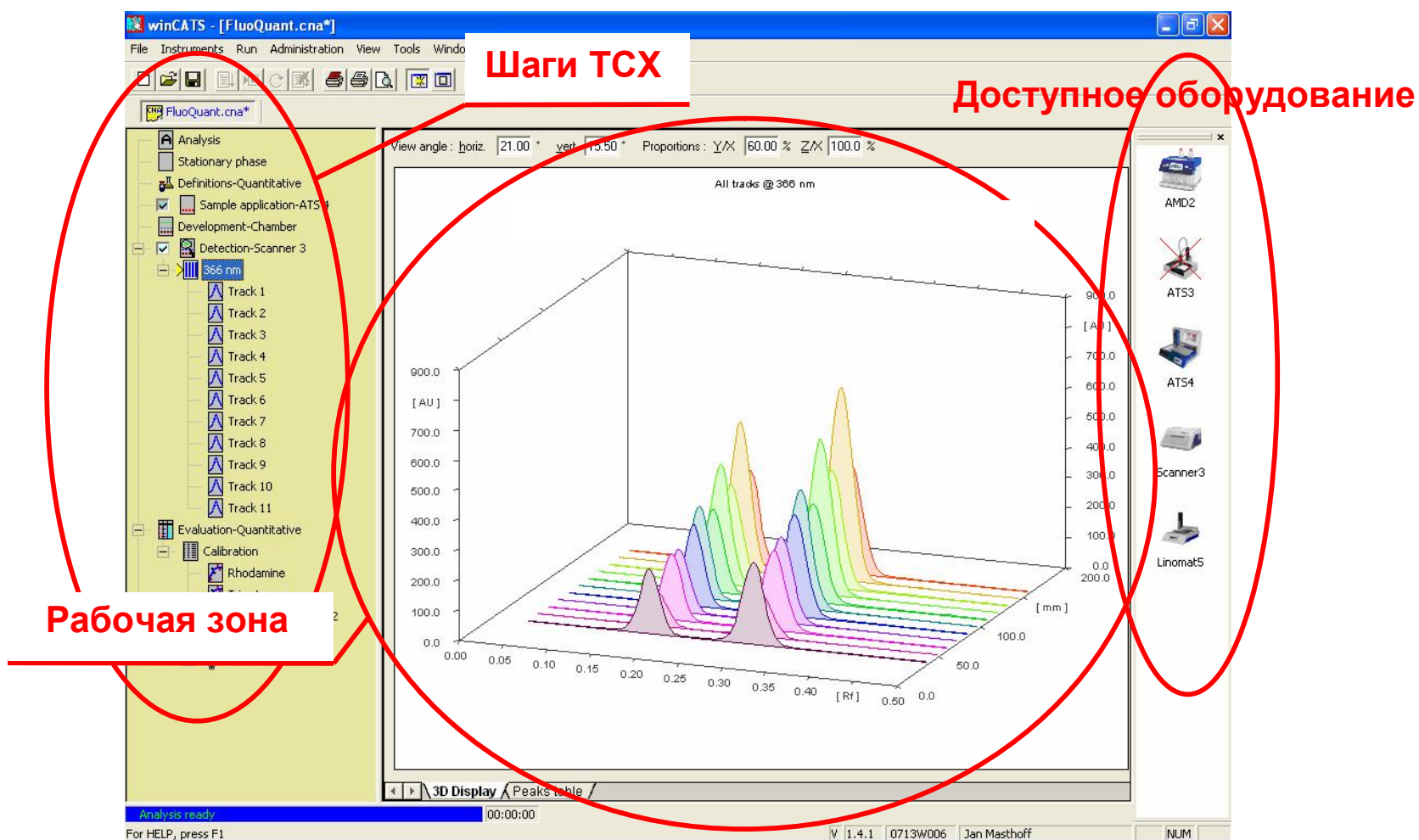
Hit	Substance	corr.	pos.
1	Ethylmorphine	0.99593	Rf 0.19
2	Codeine	0.99493	Rf 0.17
3	Morphine	0.98981	Rf 0.11
4	Norcodeine	0.98965	Rf 0.05
5	Hydrocone	0.97393	Rf 0.17
6	Normorphine	0.95730	Rf 0.03
7	Terbutaline	0.91720	Rf 0.08
8	Orciprenaline	0.91418	Rf 0.07

## Программное обеспечение WinCATS

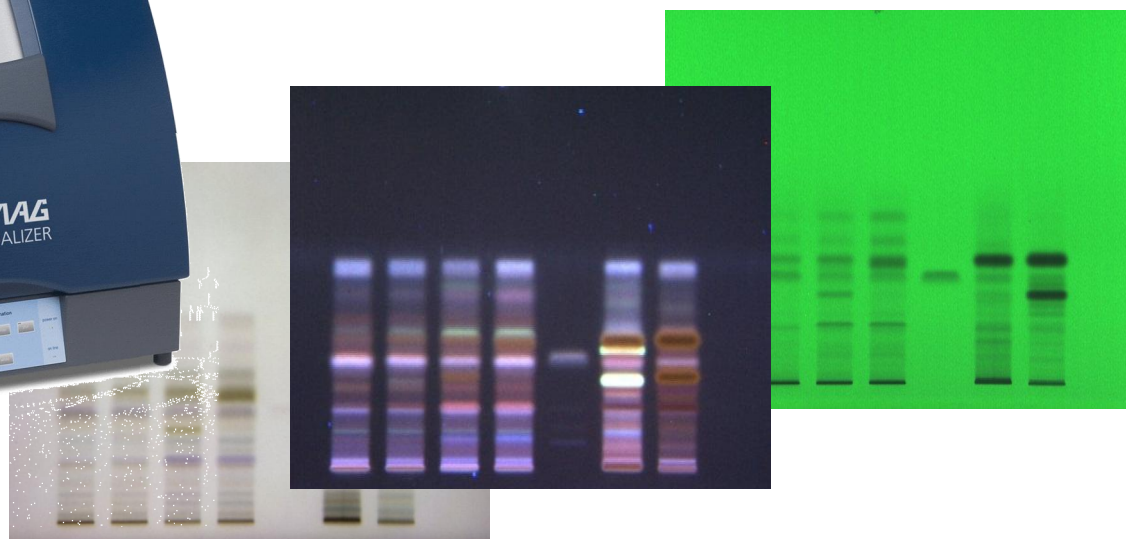
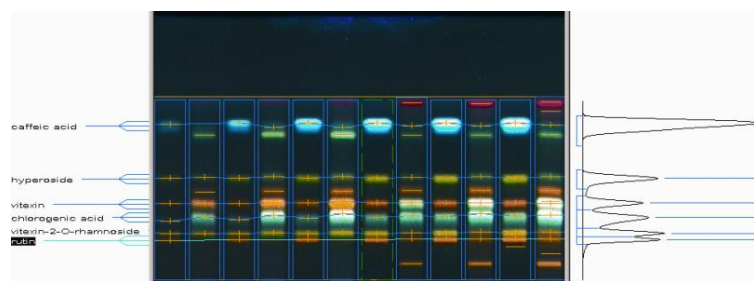
Единое программное  
обеспечение для  
управления всеми  
шагами Планарной  
хроматографии.



## Программное обеспечение WinCATS

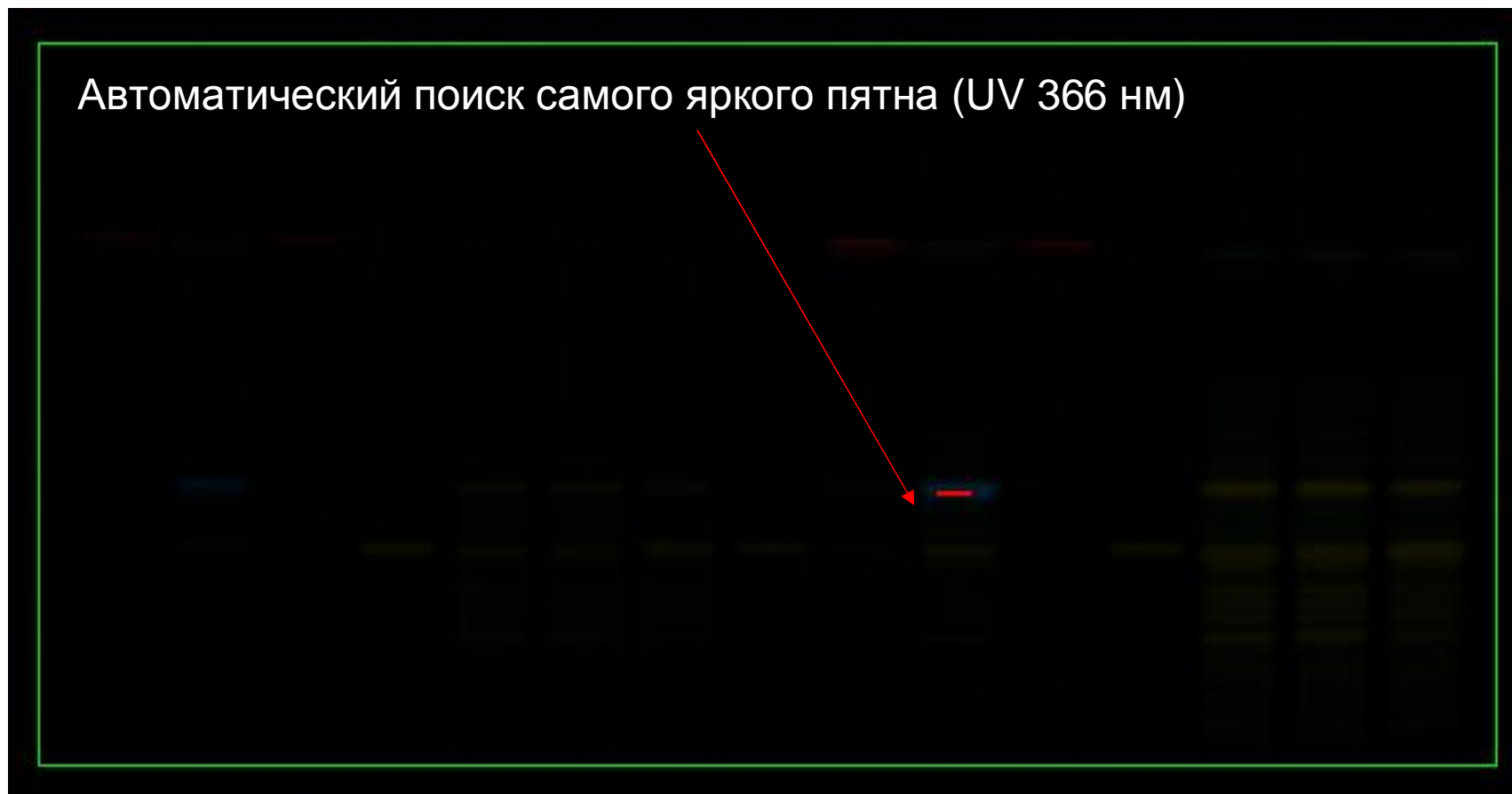


## Документирование



## Автоматическая оптимизация

Автоматический поиск самого яркого пятна (UV 366 нм)



## Автоматическая оптимизация

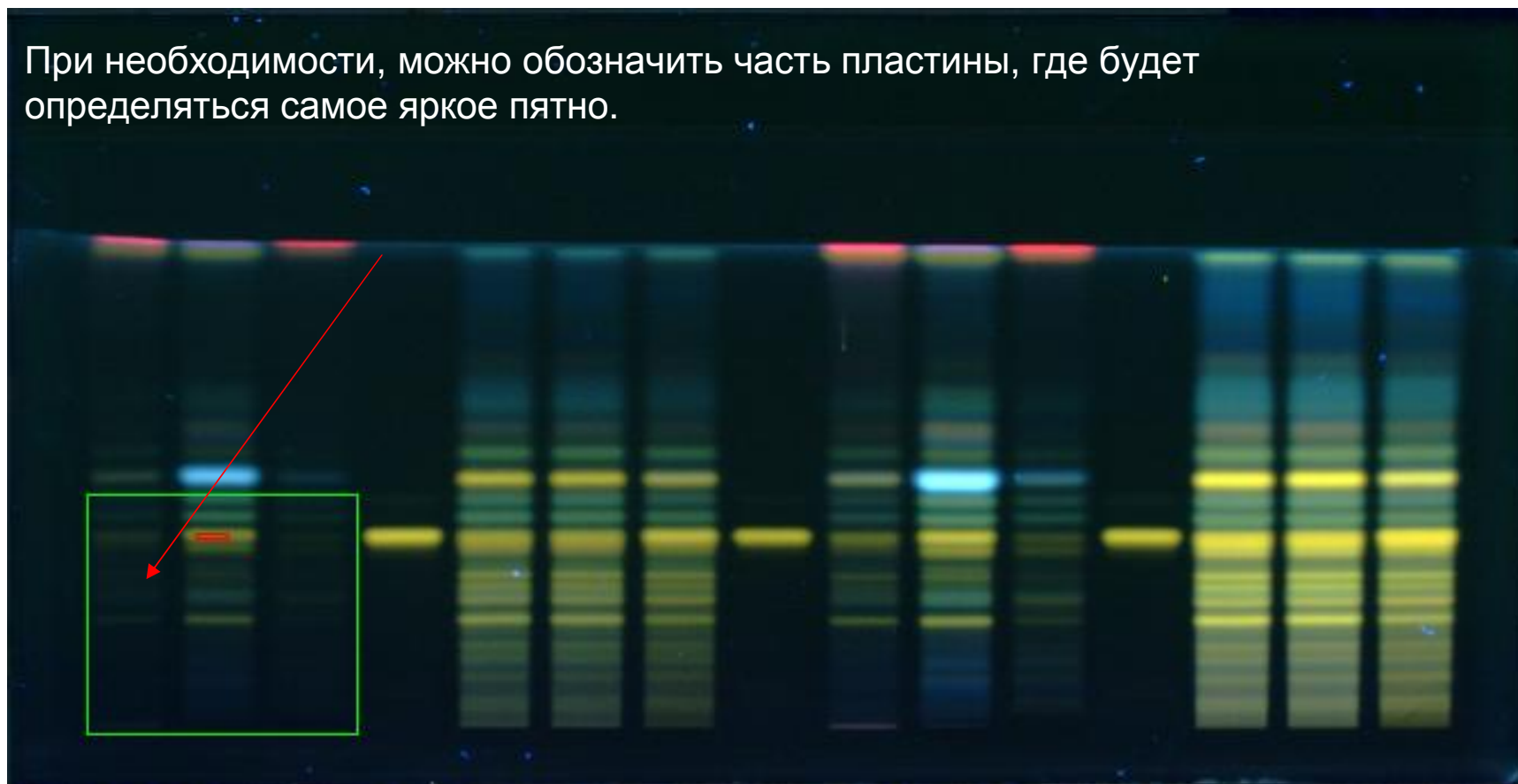
Камера автоматически настраивается на оптимальное свечение  
самого яркого пятна





## Автоматическая оптимизация

При необходимости, можно обозначить часть пластины, где будет определяться самое яркое пятно.

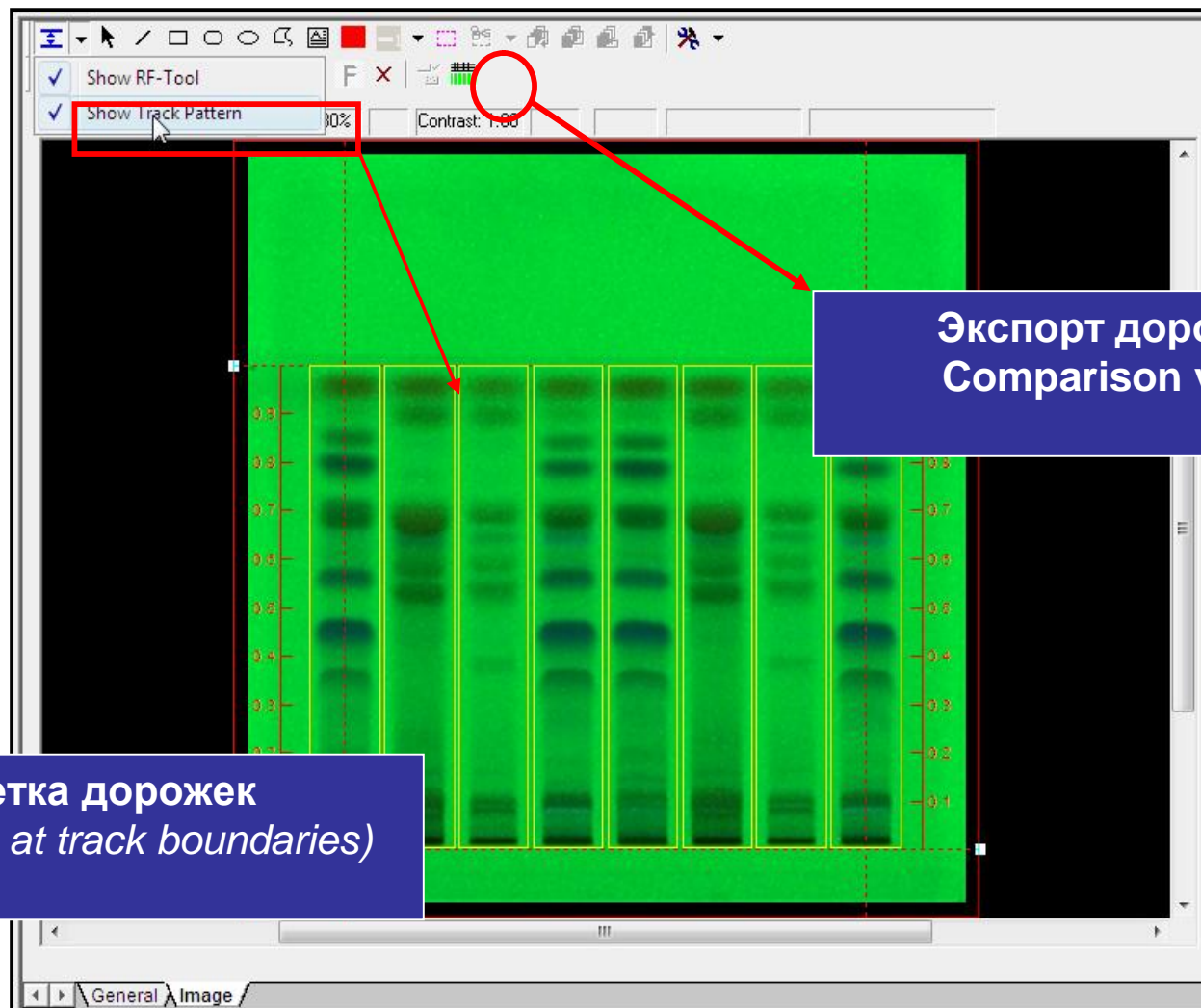


## Автоматическая оптимизация

Камера автоматически настраивается на оптимальное свечение самого яркого пятна в выбранной области



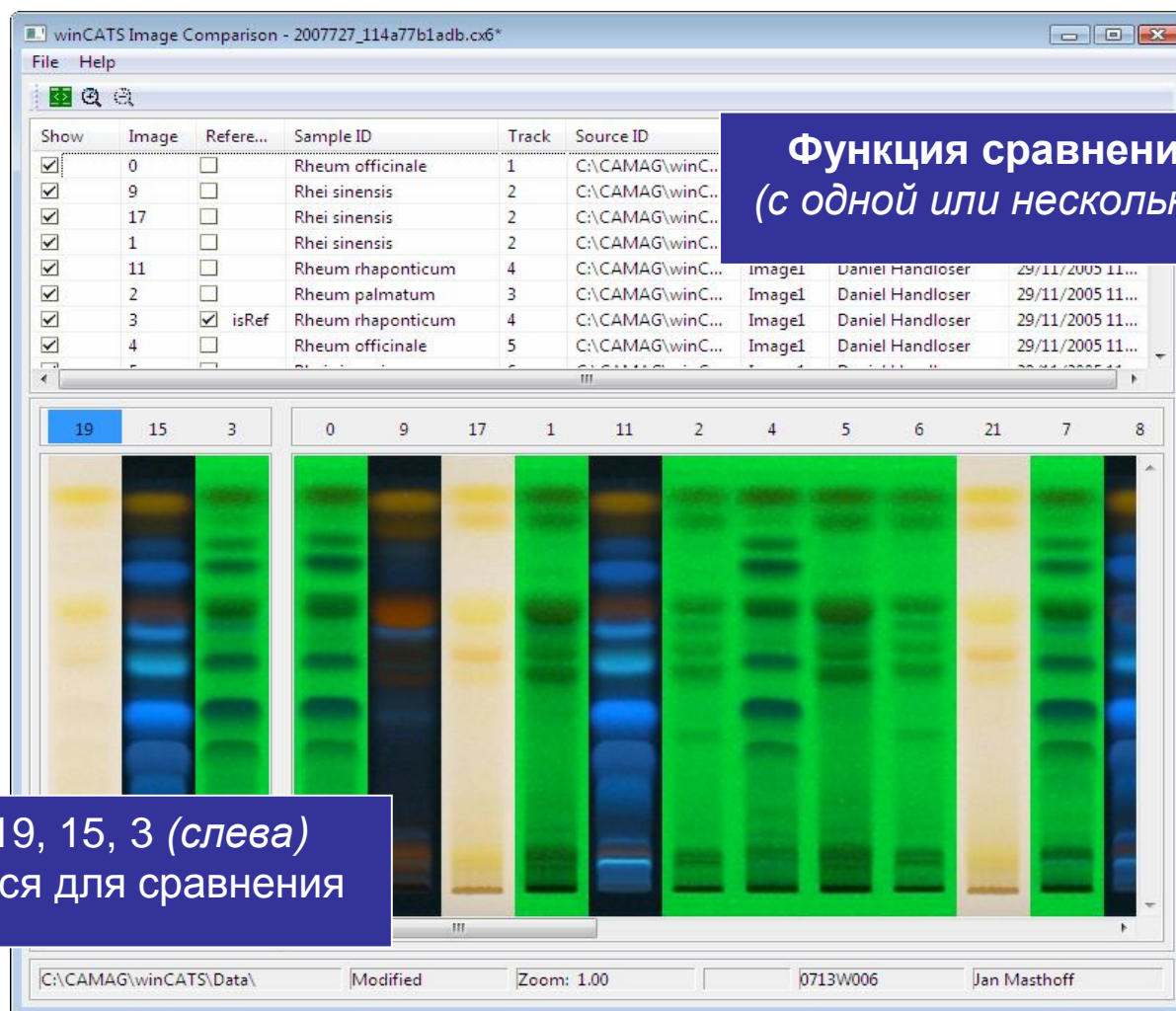
## WinCATS с TCX Визуализером



Экспорт дорожек в  
Comparison viewer

Разметка дорожек  
(Yellow lines at track boundaries)

## ТСХ Визуалайзер / сравнение изображений



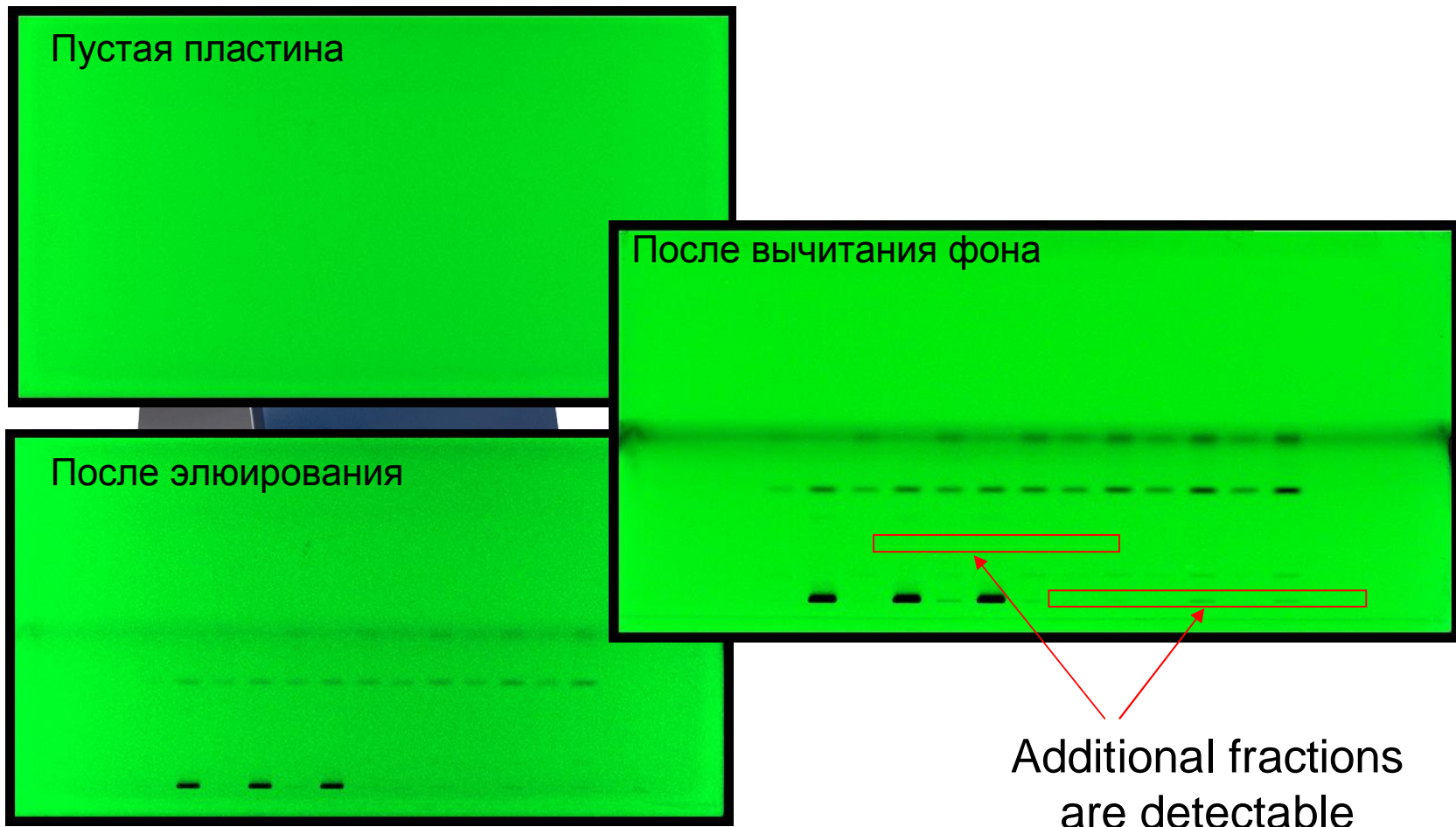
The screenshot shows the 'winCATS Image Comparison' software window. At the top, there is a menu bar with 'File' and 'Help'. Below it is a toolbar with icons for back, forward, and search. The main area contains a table with the following columns: 'Show', 'Image', 'Refer...', 'Sample ID', 'Track', and 'Source ID'. The table lists several samples, including 'Rheum officinale', 'Rhei sinensis', 'Rheum rhaponticum', and 'Rheum palmatum'. Below the table, there is a grid of gel images. The first three images (labeled 19, 15, and 3) are highlighted in blue, indicating they are used for comparison. The rest of the images are labeled with their respective sample IDs. At the bottom of the window, there is a status bar with fields for 'C:\CAMAG\winCATS\Data\ Modified', 'Zoom: 1.00', '0713W006', and 'Jan Masthoff'.

Show	Image	Refer...	Sample ID	Track	Source ID
<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	Rheum officinale	1	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	9	<input type="checkbox"/>	Rhei sinensis	2	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	17	<input type="checkbox"/>	Rhei sinensis	2	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input type="checkbox"/>	Rhei sinensis	2	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	11	<input type="checkbox"/>	Rheum rhaponticum	4	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input type="checkbox"/>	Rheum palmatum	3	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	3	<input checked="" type="checkbox"/> isRef	Rheum rhaponticum	4	C:\CAMAG\winC...
<input checked="" type="checkbox"/>	4	<input type="checkbox"/>	Rheum officinale	5	C:\CAMAG\winC...

**Функция сравнения дорожек**  
(с одной или нескольких пластин)

Дорожки 19, 15, 3 (слева)  
используются для сравнения

## ТСХ Визуализер



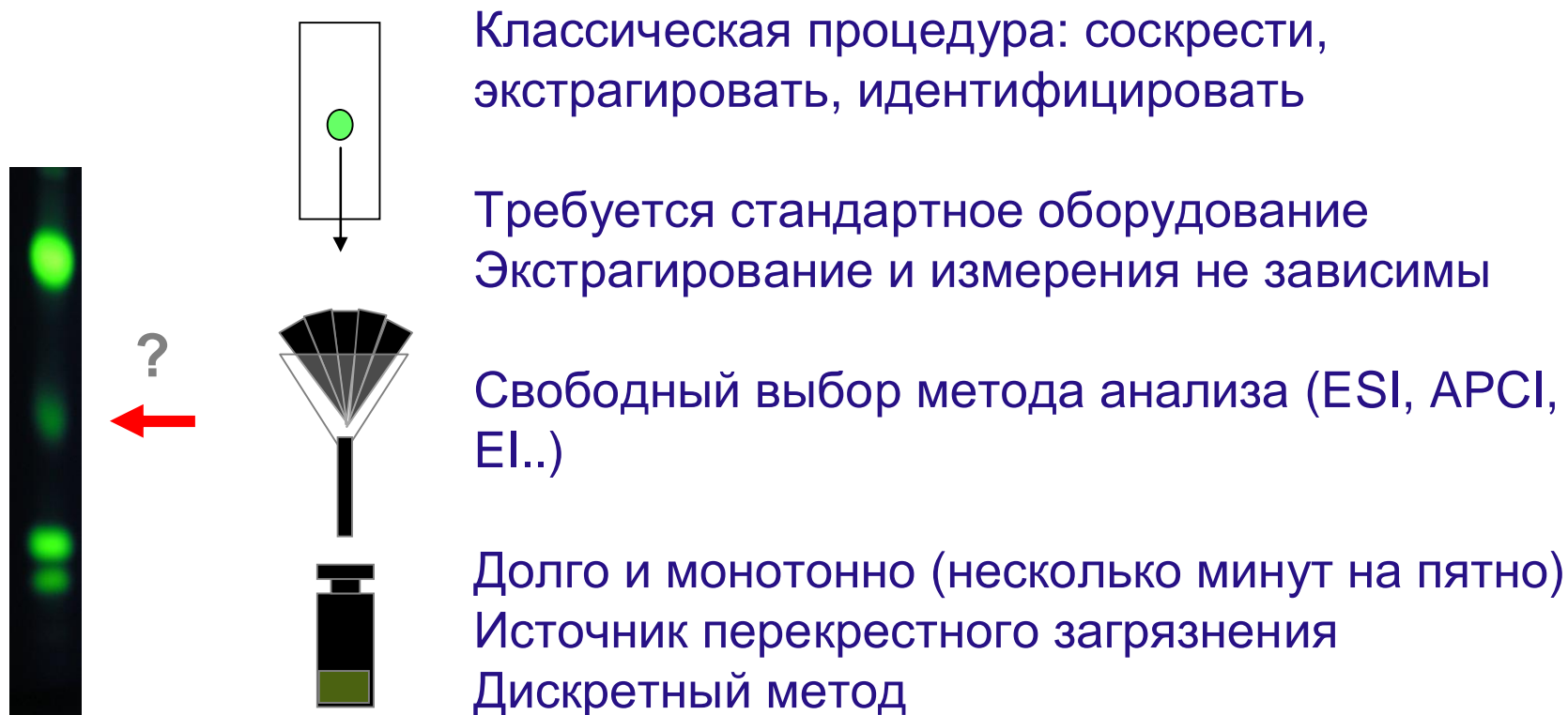
# **ТСХ/ВЭТСХ-МС АФИ и растительных компонентов**

**ТСХ становится ВЭТСХ-МС!**

## ВЭТСХ-МС

Что делать, если я хочу идентифицировать пятно на ТСХ пластине!

Пятно должно быть экстрагировано с пластины



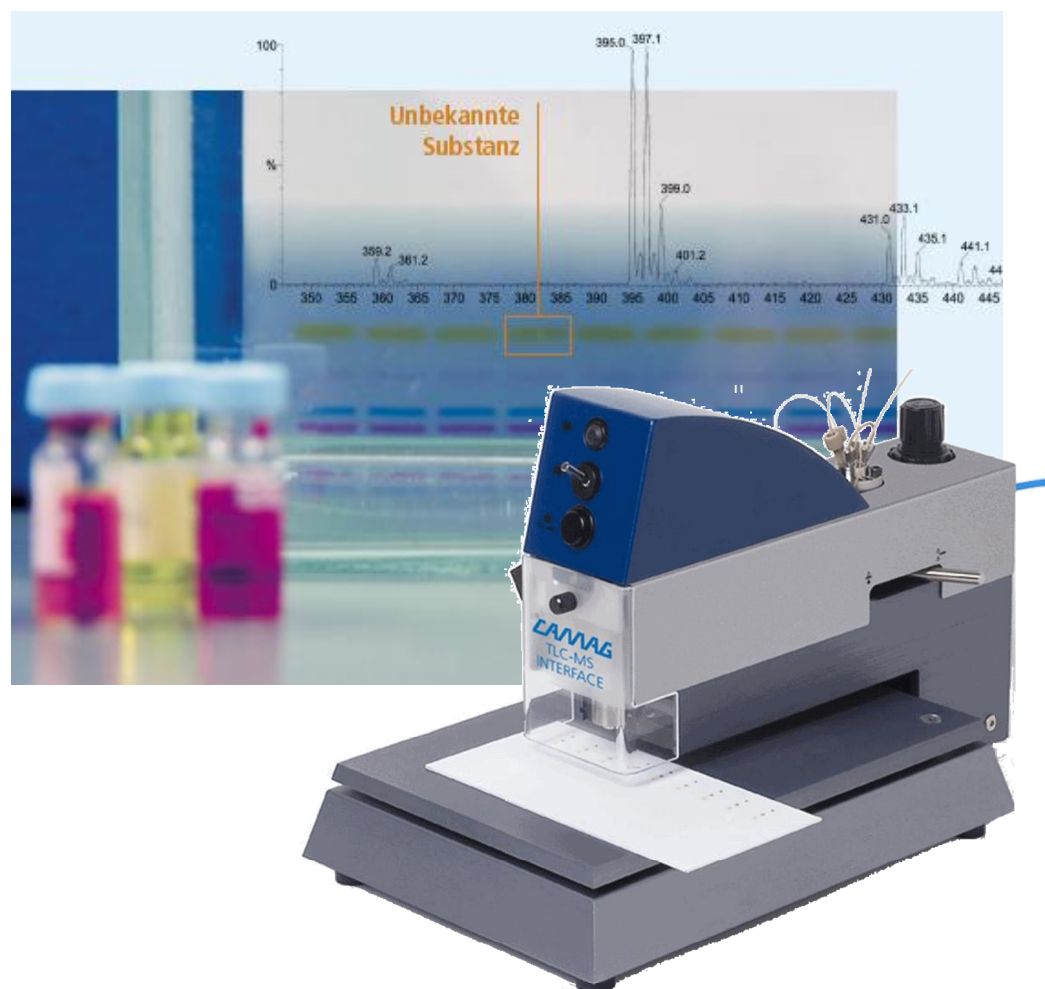
## ТСХ-МС - Альтернатива ЖХ-МС

- Разделение образца на ТСХ простое и быстрое
- Компоненты можно проявить, что дает возможность проанализировать и неактивные в УФ свете компоненты
- Простая экстракция компонента с пластины в МС детектор
- Возможность работы On-line и off-line



## КАМАГ ТСХ-МС интерфейс

- Быстрое извлечение образца для переноса в ЖХ-МС систему
- Идентификация неизвестных образцов
- Подтверждение искомых образцов
- Полуавтоматическое использование
- Экстракция в вials для ЯМР или ИК
- Быстрая инсталляция



## Принцип работы ТСХ-МС интерфейса

ВЭЖХ насос,  
растворитель  
метанол  
Поток: 0.1 мл/мин

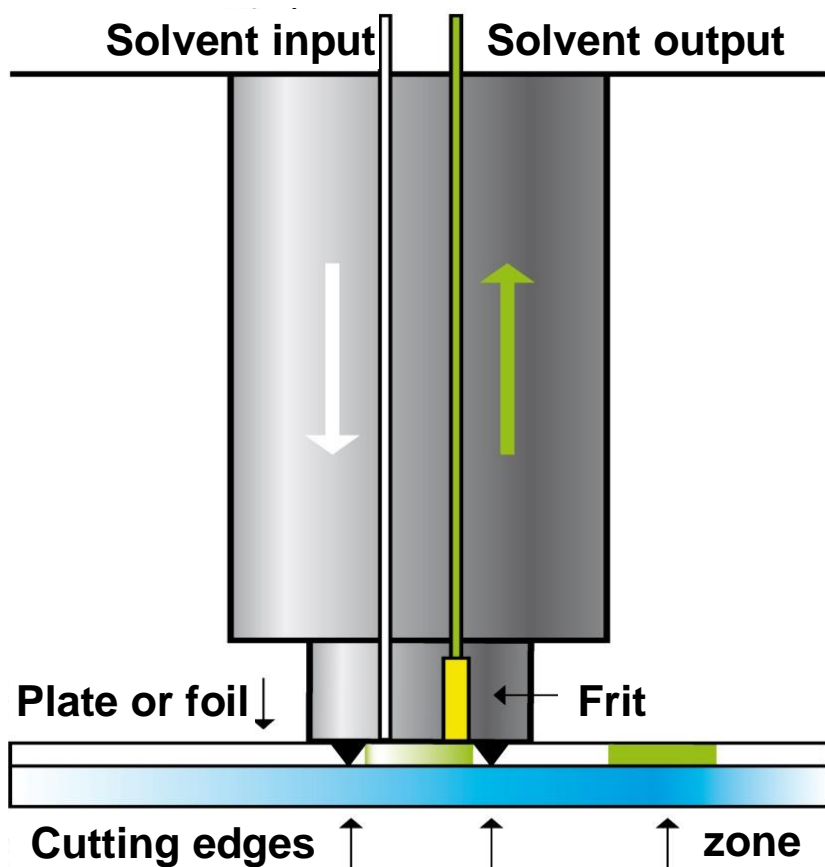


CAMAG TLC-MS  
интерфейс



MS-ESI  
(электроспрэй интерфейс)

## Принцип работы ТСХ-МС интерфейса



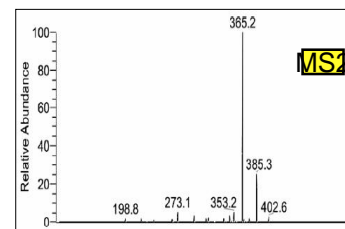
## Принцип работы ТСХ-МС интерфейса



Насос



Анализ на МС  
детекторе



Плунжер  
опускается с  
контролируемым  
давлением





ВЭТСХ пластина с пятнами


## Камаг сервис: публикации

- CBS : Журнал для пользователей CAMAG
- CCBS : База данных литературы и публикаций по ТСХ (abstracts)

CAMAG BIBLIOGRAPHY SERVICE PLAVAR CHROMATOGRAPHY CBS 101 • September 2008

Automatic Sample Application  
1974 and today



**CBS**  
CAMAG Bibliography Service

Excerpts from CBS 51 - 99 • Keyword:

**Pharmaceutical and biomedical applications**

J. KRZEK\*, U. HUBICKA, J. SZCZEPANCZYK (\*Jagiellonian University, Collegium Medicum, Department of Inorganic and Analytical Chemistry, Medyczna 9, 30-688 Krakow, Poland): **High-performance thin-layer chromatography with densitometry for the determination of ciprofloxacin and impurities in drugs.** J. Assoc. Off. Anal. Chem. 88, 1530-1535 (2005). HPTLC of ciprofloxacin and degradation products (an ethylenediamine compound, a desfluoro compound, a by-compound, and fluoroquinolonic acid) on silica gel with chloroform - methanol - 25 % ammonia 43:43:14. Quantitative determination by densitometric analysis at 330 nm for fluoroquinolonic acid and at 277 nm for the other compounds. The method showed high sensitivity (limit of detection 10 to 44 ng), a wide linearity range (3 to 20 µg/mL), and good precision (2.32 to 6.46 % relative standard deviation) and accuracy (recovery rates 98.6 to 101.5 %) for individual constituents.

quality control, densitometry, quantitative analysis, HPTLC

11 of 14

## Камаг сервис: страничка в интернетe



INSTRUMENTS AND TOOLS FOR ALL STEPS  
OF MODERN THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY

[My Account](#) | [Search](#)

[Products](#)

[Support](#)

[News & Events](#)

[Literature](#)

[About CAMAG](#)

[Laboratory](#)

**What's new?**

**New CAMAG TLC-MS Interface:**  
For direct extraction of compounds from TLC/HPTLC layers into MS.

[More information >>](#)

[Press release >>](#)









**From the Lab**

**New publications**  
Validated HPTLC method for the identification of Hoodia gordonii >>

Validation of HPTLC methods for the identification of botanicals in a cGMP environment >>

**Did you know?**

CAMAG manufactures **Aluminium oxide** which is one of the most versatile sorbents for preparative chromatography. Various types of Alox are used in

- Preparative Column Chromatography
- Flash Chromatography
- Selective Filtration

[more information >>](#)

**Next Events**

- **Neuer Weg zur TLC/HPTLC-MS Kopplung**
  - 25. Juni 2009  
Seminar an der FHNW, Basel
  - 26. Juni 2009  
Universität Münster,  
DE-48149 Münster
  - 01. Oktober 2009  
TU Berlin, D-12169

[More events >>](#)

**Publications**

- newsletter CAMAG-Flash (March 2009)
- CBS 102 (March 2009)
- CCBS, Cumulative CAMAG Bibliography Service
- Parameters of Planar Chromatography

[Home](#) | [Products](#) | [Support](#) | [News & Events](#) | [Literature](#) | [About CAMAG](#) | [Lab](#)

## Камаг сервис: бесплатное пользование методами


my Account | Search

Services
Methods
Publications
Virtual Classroom
About us
CAMAG home

**Methods**

A broad range of

List of all applicati

List of all applicati

New

Application Notes

Validated Methods

Medicinal Plants

Food

Pharma / Biotechnology / Environmental / Forensic

Registered users can download the Application Notes in pdf-format. Choose by subject or use search.

- Medicinal Plants
- Food
- Pharma / Biotechnology / Environmental / Forensic / Cosmetics

**New**

ID	Application Note
A-95.1	<p><b>Determination of metronidazole in pharmaceutical dosage form by HPTLC</b></p> <p>This method is suitable for the quantification of metronidazole in pharmaceutical dosage form. Metronidazole is a nitroimidazole antibiotic marketed as a prescription drug in various countries.</p>
A-91.1	<p><b>Determination of phospholipids by HPTLC</b></p> <p>Phospholipids are important compounds in biological systems and of high interest to the pharmaceutical and cosmetic industry. Quantitative determination of phospholipids is also important for the food industry with respect to declaration of prophylactic and therapeutic effects of dietary phospholipids. This method is suitable for screening and quantification of lysophosphatidic acid, lysophosphatidylcholine, lysophosphatidylethanolamine, lysophosphatidylinositol, phosphatidic acid, phosphatidyl choline, phosphatidyl ethanolamine and phosphatidylinositol</p>

APPLICATION NOTES

**HPTLC Identification of Common Horse Tail**  
*(Equisetum arvense)* F-12.1



**Scope:** This HPTLC method identifies *Equisetum arvense* (Common Horse Tail) and allows discrimination from the adjacent *Equisetum sylvaticum* at the 25% level. The method is based on a collaborative study of Official Medicines Control Laboratories (OMCL) and features fast and simplified sample preparation.

**Sample:** 1.0 g of the dried drug is mixed with 10 ml of methanol, sonicated for 10 min and centrifuged. The supernatant is used as test solution.

**Standards (optional):** 5 mg of each, rutin, hyperoside, and quercetin, and are individually dissolved in 10 mL of methanol.

**Default reagents:** Natural Products reagent (NP reagent) 1 g of dibutyltinous acid and acetylacetone dissolved in 200 mL of ethyl acetate.  
Microgel reagent: 10 g of polyethylene glycol 400 (Carbowax) are dissolved in 200 mL of dichloromethane.

**Chromatographic conditions:**

**Stationary phase:** HPTLC plates silica gel 60 F254 (Merck), 10x10 cm or 20x10 cm.

**Mobility Phase:** Formic acid, acetic acid, water, ethyl acetate (15:15:20:134).

**Sample application:** 10 µL of test solution and 2 µL of standards are applied as 8 mm bands, min. 2 mm apart, 8 mm from lower edge of plate.

**Development:** 10x10 cm or 20x10 cm Thin Layer Chamber, saturated for 20 min. Other papers, 6 mL (depending 10 mL) developing solvent per trough, developing distance 70 mm from lower

Please contact CAMAG for more application notes and products for analysis of natural products  
www.camag-laboratory.com 1 of 2 11/07

## Камаг сервис: СОПы для валидации методов

### **Validation of High-Performance Thin-Layer Chromatographic Methods for the Identification of Botanicals in a cGMP Environment**

EIKE REICH and ANNE SCHIBLI

CAMAG Laboratory, Sonnenmattstrasse 11, CH-4132 Muttenz, Switzerland

ALISON DeBATT

CAMAG Scientific Inc., 515 Cornelius Hamett Dr, Wilmington, NC 28401

---

**Current Good Manufacturing Practices (cGMP) for botanicals stipulates the use of appropriate methods for identification of raw materials. Due to natural variability, chemical analysis of plant material is a great challenge and requires special approaches. This paper presents a comprehensive proposal to the process of validating qualitative**

system to ensure safety, quality, and consistency of products. Because quality can not be tested into a product, it is important that quality is already an attribute of the raw material of any given production process. For “botanicals,” which can be fresh, or processed plants, extracts, or other preparations, the identity is one of the central elements of quality. cGMP



## Камаг сервис: лаборатория

- Разработка и валидация методов
- Изучение возможностей анализа
- Контрактные анализы

Sonnenmattstrasse 11  
CH-4132 Muttenz  
Lab@camag.com



### Request for Service

<b>Information about customer</b>	
Name of company:	
Person to contact:	
Department:	
Address:	
Phone:	
Fax:	
E-mail:	
Field of activity/business:	
<b>Information about TLC problem</b>	
Evaluation:	<input type="checkbox"/> qualitative <input type="checkbox"/> quantitative
Type of service requested:	<input type="checkbox"/> literature research only <input type="checkbox"/> feasibility study <input type="checkbox"/> method development <input type="checkbox"/> validation
Current method of analysis (please attach method):	
<input type="checkbox"/> TLC/HPTLC <input type="checkbox"/> HPLC <input type="checkbox"/> GC <input type="checkbox"/> other <input type="checkbox"/> none	
Type of sample:	
Matrix:	<input type="checkbox"/> pharmaceutical formulation (tablet, syrup, ) <input type="checkbox"/> cosmetic <input type="checkbox"/> plant extract <input type="checkbox"/> oil / glycerin

→ Форма запроса услуги на [camag.com](http://camag.com)

→ Заполните форму и отправьте на [Lab@camag.com](mailto:Lab@camag.com)

Благодарю за внимание!

Владимир Пашко  
«Донау Лаб»

**ДОНАУ ЛАБ,**  
Стратегическое шоссе, 16,  
г.Киев, 03028  
тел.: +38 044 229-15-31  
факс: +38 044 229-15-30  
e-mail: [office-ua@donaulab.com](mailto:office-ua@donaulab.com)  
[www.donaulab.com](http://www.donaulab.com)