



30. DOKTORANDENSEMINAR HOHENRODA

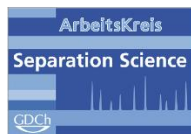
11. bis 14. Januar 2020



3  Jahre



Die Ausrichter des Doktorandenseminars danken den Sponsoren und Spendern für ihre freundliche Unterstützung.





Inhalt

Grußwort des Organisationsteams	5
Programm	6
Abstracts der Doktorandenvorträge.....	14
LC-MS capabilities in lithium ion battery research – Electrolyte degradation and beyond.....	15
Mild dissolution and recomplexation strategy for the quantitative speciation analysis of GBCAs in bone tissue by means of HPLC-ICP-MS.....	16
Elektrochemie zur Simulation der reduktiven Aktivierung eines Albumin-basierten Oxaliplatin-Prodrugs	17
Offline-2D-Chromatographie und Non-Target Screening zur Identifizierung von Unbekannten in Industrieabwässern	18
Bakterielle Lungeninfektionen: Wie die Thermodesorption-GC-MS für eine Früherkennung von Pseudomonas aeruginosa eingesetzt werden kann	19
Charakterisierung von Phosphatidylethanolaminen in Pseudomonas Bakterien mittels LC-LC-HRMS	20
Glutathione determination and ¹³ C-tracer analysis in cell cultures by HPLC-QTOFMS/MS	21
Glycosylation Profiling of Intact Monoclonal Antibodies by IP-RP HPLC-MS	22
Mass Spectrometry and Infrared Spectroscopy of Glycosaminoglycans and their Binding to Gadolinium Imaging Probes.....	23
Analytik von Oxylipinen in Plasma: Laborübergreifende Vergleichbarkeit und Präzision	24
Bestimmung niedermolekularer, polarer Metabolite in Arabidopsis Thaliana Extrakten mittels LC-MS.....	25
Entwicklung einer dualen ESI-APCI-Ionisationsquelle für LC-MS/MS-Analysen.....	26
Comparing different particle morphologies against a benchmark – can state of the art zwitterionic chiral ion-exchangers be improved?	27
Chipbasierte Multiple Heart-Cut 2D-HPLC/MS für die Analyse komplexer Probengemische	28
Baukleines Ionenmobilitätsspektrometer mit integrierter Wechselfeldzone zur orthogonalen Ionentrennung und kollisionsinduzierten Dissoziation und Fragmentierung für eine verbesserte Substanzidentifikation.....	29
Hochenergie-Ionenmobilitätsspektrometrie (HiKE-IMS) für die Untersuchung der Ionenchemie in der Gasphase	30
Optimierung und Anwendung eines mikrofluidischen Glasinterfaces für die 2D-Kapillarelektrophorese	31



Online mass spectrometry of CE (SDS)-separated proteins by two-dimensional capillary electrophoresis	32
Capillary electrophoresis and NMR methods to explain the complexation of Daclatasvir with γ -cyclodextrin	33
Transition metal speciation in lithium ion battery electrolytes by means of capillary electrophoresis	34
Hyphenation of electrochemistry and mass spectrometry and its application to nucleobase oxidation	35
Analytik verschiedener Flavonoide und ihrer Abbauprodukte in Tee und Zellkultursystemen mittels HPLC-qTOF-MS.....	36
Verwendung von dried urine spots zur Analytik von Mykotoxinen in Urin mittels HPLC-MS/MS.....	37
Methodenentwicklung zum Profiling des Folatmetaboloms in Hefen	38
Automatisierte Mikroextraktionstechniken: Vergleich, Optimierung und Applikation in Lebensmittel- und Umweltanalytik.....	39
Detection of an invertebrate pan-allergen by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) using peptide biomarkers	40
Wahl der besten Vorträge.....	41
Abstracts der Posterpräsentationen	42
New methods for trace analysis of lignin and levoglucosan in speleothems from New Zealand by uHPLC-HRMS	43
Replacement for Radioactive Electron Capture Detectors (ECDs) in Gas Chromatography: ECDs with Non-Radioactive Electron Source	44
LC-MS/MS analysis of Lipid A from gram-negative bacteria.....	45
Continuous-Flow Chemistry and Analytical Instruments in Symbiosis: Application of 2D-LC Instruments as Two-Dimensional Reaction–Analysis Systems.....	46
Nutrient flow in a host-parasite system revealed by compound-specific stable isotope analysis of amino acids.....	47
Impurity Profiling of Synthetic Peptides by Two-Dimensional Liquid Chromatography.....	48
Distinction of Isomeric Glycolipids in the Gas Phase by Cryogenic Infrared Spectroscopy	49
Gas and Liquid Chromatographic Techniques in Lithium Ion Battery Electrolyte Analysis - A Chromatographic Curriculum Vitae	50
Analysis of mycotoxins in indoor samples using UHPLC-QTOF-MS.....	51
Development of a new GC-APCI ion source	52



Phosphopeptide enrichment using ERLIC for pathway elucidation in the rice pathogen <i>Magnaporthe oryzae</i>	53
A droplet interface for the coupling of chip-HPLC and ESI-MS detection	54
Characterizing oxidative stress by targeted LC-MS/MS based analysis of autoxidation products from polyunsaturated fatty acids.....	55
Non-target screening for trace compounds and identifying substances in e-liquids by GCxIMS.....	56
Post-ionization separation of enantiomers after chiral derivatization using trapped ion mobility-mass spectrometry	57
Environmental fate of glyphosate analyzed by CE-MS.....	58
Wahl der besten Poster	59
Teilnehmerliste	60



Grußwort des Organisationsteams

Liebe Teilnehmerinnen und Teilnehmer des Doktorandenseminars,

es ist uns ein besonderes Vergnügen, Sie zum 30. Doktorandenseminar des "AK Separation Science" der GDCh-Fachgruppe Analytische Chemie willkommen zu heißen. Wir, der Arbeitskreis Schmitz der Universität Duisburg-Essen, freuen uns, das Doktorandenseminar in diesem Jahr wieder ausrichten zu dürfen.

Zum 30jährigen Jubiläum wird das Doktorandenseminar in diesem Jahr einen Tag länger vom 11. Januar 2020 bis zum 14. Januar 2020 in Hohenroda stattfinden. Am 11. Januar wird gefeiert, u.a. mit einem historischen Rückblick von Heinz Engelhardt und Werner Engewald, mit einem Festvortrag von Peter Schoenmakers, einer Postersession und einer Party mit Livemusik. Am 12. Januar werden wir vormittags das Erlebnis Bergwerk Merkers besuchen, bevor dann um 14 Uhr das wissenschaftliche Programm, wie gewohnt beginnt und die Doktoranden ihre Ergebnisse einem breiten Publikum präsentieren werden.

In diesem Jahr haben sich fast 170 Teilnehmer angemeldet (ein Rekord) und es erwarten uns 26 interessante Vorträge aus den Bereichen LC-MS, Bioanalytik, Kapillarelektrophorese, Lebensmittelchemie und Neue Analytische Methoden. Anlässlich des Jubiläums finanziert Thermo Fisher Scientific am Samstagabend eine Postersession mit 16 Posterbeiträgen, die durch die Vortragenden Doktoranden bewertet werden.

Daneben dürfen wir auch Vortragende aus der Wirtschaft und Universität begrüßen, die über den Alltag eines Berufseinsteigers bzw. über Digitalisierung im Labor, universelle Detektoren in der HPLC und wie man richtig (also erfolgreich) Manuskripte schreibt, referieren.

Unter dem Titel: "Was macht eigentlich der AK...?" wird dieses Jahr Albert Sickmann aus Dortmund das ISAS vorstellen.

Neben dem wissenschaftlichen Programm wird ebenfalls die Möglichkeit bestehen, in geselliger Runde neue Kontakte zu knüpfen und bestehende zu vertiefen. Dazu bietet der Hessen Hotelpark Hohenroda mit einer gemütlichen Bar, diverser Freizeitangebote sowie einer großen Parkanlage ausreichend Gelegenheit.

Wir hoffen, Ihre Erwartungen an das 30. Doktorandenseminar erfüllen zu können und wünschen Ihnen einen angenehmen Aufenthalt und alles Gute für das Jahr 2020.

Mit freundlichen Grüßen

Yildiz Danisan



Martin Meyer

Universität Duisburg-Essen
Fakultät für Chemie
Angewandte Analytische Chemie

Oliver J. Schmitz





Programm

Samstag, 11.01.2020

bis 17:30 Uhr Anreise

17:45 Uhr Begrüßung und Eröffnung der Tagung

18:00 Uhr *Werner Engewald und Heinz Engelhardt*
Historischer Rückblick

18:45 Uhr *Peter Schoenmakers*
Analytical chemistry and analytical separations in the 21th century

19:30 Uhr Abendessen

20:30 Uhr Postersession

21:30 Uhr Party



Sonntag, 12.01.2020

9:00 Uhr **Erlebnis Bergwerk Merkers**

13:00 Uhr **Mittagessen**

14:00 Uhr **Tutorial**
Kevin Pagel (TU Berlin)
Wie schreibe ich eine Publikation

14:45 Uhr **Vortrag aus dem Berufsleben**
Renata Gerhardt und Waldemar Hoffmann (Competence Center Analytics, BASF)

15:15 Uhr **Kaffeepause**

15:45 Uhr **Session 1: LC-MS**
(Chair: Karolin Sommer, AK Karst)

Doktorandenvortrag 1:

Jonas Henschel (AK Winter, Batterieforschungszentrum, Universität Münster)
LC-MS capabilities in lithium ion battery research – Electrolyte degradation and beyond

Notiz:

Doktorandenvortrag 2:

Lukas Schlatt (AK Karst, Universität Münster)
Mild dissolution and recomplexation strategy for the quantitative speciation analysis of GBCAs in bone tissue by means of HPLC-ICP-MS

Notiz:

Doktorandenvortrag 3:

Jens Fangmeyer (AK Karst, Universität Münster)
Elektrochemie zur Simulation der reduktiven Aktivierung eines Albumin-basierten Oxaliplatin-Prodrugs

Notiz:



Doktorandenvortrag 4:

Kirsten Purschke (AK Schmidt, Universität Duisburg-Essen)

Offline-2D-Chromatographie und Non-Target Screening zur Identifizierung von Unbekannten in Industrieabwässern

Notiz:

17:05 Uhr

Kaffeepause

17:25 Uhr

Session 2: Bioanalytik I

(Chair: Tobias Rösch, AK Huhn)

Doktorandenvortrag 5:

Timo Köhler (AK Schmitz, Universität Duisburg-Essen)

Bakterielle Lungeninfektionen: Wie die Thermodesorption-GC-MS für eine Früherkennung von *Pseudomonas aeruginosa* eingesetzt werden kann

Notiz:

Doktorandenvortrag 6:

Carina M. Wienken (AK Hayen, Universität Münster)

Charakterisierung von Phosphatidylethanolaminen in *Pseudomonas* Bakterien mittels LC-LC-HRMS

Notiz:

Doktorandenvortrag 7:

Xueni Sun (AK Dettmer, Universität Regensburg)

Glutathione determination and ¹³C-tracer analysis in cell cultures by HPLC-QTOFMS/MS

Notiz:

18:25 Uhr

Abendessen



Montag, 13.01.2020

9:00 Uhr **Vortrag aus dem Berufsleben**
Dr. Kristin Folmert (Knauer)

9:30 Uhr **Tutorial:**
Dr. Paul Gamache (Thermo Fisher Scientific)
Universal detectors for HPLC and uniform response across a wide variety of compounds

10:00 Uhr **Verleihung des Ernst-Bayer-Preises**

10:30 Uhr **Kaffeepause**

11:00 Uhr **Session 3: Bioanalytik II**
(Chair: Ansgar T. Kirk, AK Zimmermann)

Doktorandenvortrag 8:
Katharina Böttinger (AK Huber, Universität Salzburg)
Glycosylation Profiling of Intact Monoclonal Antibodies by IP-RP HPLC-MS
Notiz:

Doktorandenvortrag 9:
Lukasz Polewski (AK Pagel, Freie Universität Berlin)
Mass Spectrometry and Infrared Spectroscopy of Glycosaminoglycans and their Binding to Gadolinium Imaging Probes
Notiz:

Doktorandenvortrag 10:
Malwina Mainka (AK Schebb, Bergische Universität Wuppertal)
Analytik von Oxylipinen in Plasma: Laborübergreifende Vergleichbarkeit und Präzision
Notiz:

Doktorandenvortrag 11:
Hannah Schöttler (AK Hayen, Universität Münster)
Bestimmung niedermolekularer, polarer Metabolite in *Arabidopsis Thaliana* Extrakten mittels LC-MS
Notiz:



12:20 Uhr **Mittagessen**

13:50 Uhr **Gruppenfoto**

14:10 Uhr **Session 4: Neue Analytische Methoden**

(Chair: Sadat Hasan, AK Belder)

Doktorandenvortrag 12:

Dominik Brecht (AK Schmitz, Universität Duisburg-Essen)

Entwicklung einer dualen ESI-APCI-Ionisationsquelle für LC-MS/MS-Analysen

Notiz:

Doktorandenvortrag 13:

Christian Geibel (AK Lämmerhofer, Universität Tübingen)

Comparing different particle morphologies against a benchmark – can state of the art zwitterionic chiral ion-exchangers be improved?

Notiz:

Doktorandenvortrag 14:

Sebastian Piendl (AK Belder, Universität Leipzig)

Chipbasierte Multiple Heart-Cut 2D-HPLC/MS für die Analyse komplexer Probengemische

Notiz:

Doktorandenvortrag 15:

Alexander Bohnhorst (AK Zimmermann, Universität Hannover)

Baukleines Ionenmobilitätsspektrometer mit integrierter Wechselfeldzone zur orthogonalen Ionentrennung und kollisionsinduzierten Dissoziation und Fragmentierung für eine verbesserte Substanzidentifikation

Notiz:

Doktorandenvortrag 16:

Maria Allers (AK Zimmermann, Universität Hannover)

Hochenergie-Ionenmobilitätsspektrometrie (HiKE-IMS) für die Untersuchung der Ionenchemie in der Gasphase

Notiz:

15:50 Uhr **Kaffeepause**



16:10 Uhr

Vortrag:

Dr. Joachim Richert (*Vice President, Competence Center Analytics, BASF*)
Automation und Digitalisierung im Labor (Labor 4.0)

16:40 Uhr

Session 5: CE I

(Chair: Marco Grabarics, AK Pagel)

Doktorandenvortrag 17:

Benjamin M. Rudisch (AK Huhn, Universität Tübingen)

Optimierung und Anwendung eines mikrofluidischen Glasinterfaces für die 2D-Kapillarelektrophorese

Notiz:

Doktorandenvortrag 18:

Jennifer Römer (AK Neusüß, Fachhochschule Aalen)

Online mass spectrometry of CE (SDS)-separated proteins by two-dimensional capillary electrophoresis

Notiz:

Doktorandenvortrag 19:

Sulaiman Krait (AK Scriba, Universität Jena)

Capillary electrophoresis and NMR methods to explain the complexation of Daclatasvir with γ -cyclodextrin

Notiz:

17:40 Uhr

Stellenangebote aus der Industrie

18:00 Uhr

Gruppenfoto der vortragenden Doktoranden

18:10 Uhr

Abendessen



Dienstag, 14.01.2020

9:00 Uhr

Session 6: CE II

(Chair: Johannes Schlecht, AK Neusüß)

Doktorandenvortrag 20:

Lenard Hanf (AK Winter, Batterieforschungszentrum, Universität Münster)

Transition metal speciation in lithium ion battery electrolytes by means of capillary electrophoresis

Notiz:

Doktorandenvortrag 21:

Thomas Herl (AK Matysik, Universität Regensburg)

Hyphenation of electrochemistry and mass spectrometry and its application to nucleobase oxidation

Notiz:

9:40 Uhr

Kaffeepause

10:00 Uhr

Session 7: Lebensmittelchemie

(Chair: Xenia Mutke, AK Schmidt)

Doktorandenvortrag 22:

Julian Alfke (AK Esselen, Universität Münster)

Analytik verschiedener Flavonoide und ihrer Abbauprodukte in Tee und Zellskultursystemen mittels HPLC-qTOF-MS

Notiz:

Doktorandenvortrag 23:

Jessica Schmidt (AK Humpf, Universität Münster)

Verwendung von dried urine spots zur Analytik von Mykotoxinen in Urin mittels HPLC-MS/MS

Notiz:

Doktorandenvortrag 24:

Lena Gmelch (AK Rychlik, Technische Universität München)

Methodenentwicklung zum Profiling des Folatmetaboloms in Hefen

Notiz:



Doktorandenvortrag 25:

Wiebke Kaziur-Cegla (AK Schmidt, Universität Duisburg-Essen)

Automatisierte Mikroextraktionstechniken: Vergleich, Optimierung und Applikation in Lebensmittel- und Umweltanalytik

Notiz:

Doktorandenvortrag 26:

Marion Fresch (AK Brockmeyer, Universität Stuttgart)

Detection of an invertebrate pan-allergen by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) using peptide biomarkers

Notiz:

- 11:40 Uhr** **Stimmabgabe "Beste Vorträge"**
- 11:50 Uhr** **Vortrag:**
Prof. Dr. Albert Sickmann (ISAS)
"Was macht eigentlich das ISAS in Dortmund?"
- 12:20 Uhr** **Preisverleihung**
- 12:30 Uhr** **Verabschiedung und Ende der Tagung**
- 12:40 Uhr** **Mittagessen**

Individuelle Abreise



Abstracts der Doktorandenvorträge

Wir danken nochmals den vortragenden Doktoranden für die Zusendung ihrer Abstracts.

Für alle Teilnehmer besteht die Möglichkeit, sich auf den folgenden Seiten über die Vortragsthemen näher zu informieren:



Doktorandenvortrag 1

LC-MS capabilities in lithium ion battery research – Electrolyte degradation and beyond

Jonas Henschel, Yannick P. Stenzel, Martin Winter, Sascha Nowak

University of Münster, MEET Battery Research Center, Institute of Physical Chemistry
Corrensstraße 46, 48149 Münster, Germany

Electrolytes in lithium ion batteries are often considered inactive material regarding the missing contribution to energy density. But they are a highly active material and reveal a large variety of ongoing reactions during battery operation and thermal stress.[1] Despite their simple pristine formulation comprising a conducting salt (lithium hexafluorophosphate) dissolved in a binary mixture of linear and cyclic organic carbonate, different decomposition product classes can be identified already after the first few charge and discharge cycles of the battery cell. On the hand, permanent gases, and highly volatile compounds smaller than the educts can be analyzed with gas chromatography-based techniques. On the other hand, higher molecular weight species comprised of mixtures of solvent and salt molecules or polymerization products of carbonates can be characterized by liquid chromatography hyphenated to mass spectrometry.[2] The structure elucidation as well as analytical approaches to generate quantitative data are fundamental in order to draw conclusions regarding the electrolyte impact on battery performance loss. Furthermore, the behavior and role of specific decomposition products (e.g. electrolyte additives) are in focus and contribute to next generations of lithium ion batteries.

In this work, the combination of orthogonal liquid chromatography techniques, reversed-phase and hydrophilic interaction liquid chromatography, enables the comprehensive consideration of acidic and non-acidic decomposition products in thermally and electrochemically decomposed electrolytes. Ion trap-time of flight-mass spectrometry after chromatographic separation was applied to perform structure elucidation with high certainty for >300 compounds. Furthermore, liquid chromatography capabilities for the fractionation of potentially hazardous compounds and the deciphering of decomposition pathways with ¹³C-isotopic labeling in the lithium ion battery context are addressed.

[1] S. Nowak et al., J. Electrochem. Soc., 2015, 162, A2500-2508.

[2] Y. P. Stenzel et al., Separations, 2019, 6, 26.



Doktorandenvortrag 2

Mild dissolution and recomplexation strategy for the quantitative speciation analysis of GBCAs in bone tissue by means of HPLC-ICP-MS

Lukas Schlatt, Michael Sperling, Uwe Karst

University of Münster, Institute of Inorganic and Analytical Chemistry
Corrensstr. 28/30, 48149 Münster, Deutschland

Gadolinium based contrast agents (GBCAs) are widely used in magnetic resonance imaging to enhance signal intensities. For these analyses, gadolinium has to be given in a complexed form since Gd^{3+} is highly toxic. While in most cases, GBCAs are washed out of the body almost entirely and intact in a few hours, recent research has shown that accumulation can occur in many body parts including brain, skin, bone and many others.

Since toxicity of GBCAs and dechelated Gd varies greatly, speciation analysis of the accumulation is important. Unfortunately, the conditions needed to efficiently dissolve the bone matrix may also lead to disintegration of GBCAs into free ligand and dechelated Gd, thereby losing the speciation information. Therefore, an efficient method for speciation analysis of GBCAs in bone samples is needed and could yield valuable information for the understanding of Gd depositions and further increase the safety of GBCAs.

In this presentation, a method for the quantitative speciation analysis of GBCAs in bone samples will be presented. First, a mild dissolution of the bone matrix was tested in order to keep GBCAs intact during extraction. Next, a recomplexation method was employed for the detection of GBCAs which dechelated during sample preparation. These samples were then analyzed by means of HILIC-ICP-MS and quantified using isotope dilution analysis. In another step, a total gadolinium analysis of the bone samples was carried out to be able to calculate the percentage of intact GBCAs in each bone sample.

**Doktorandenvortrag 3****Elektrochemie zur Simulation der reduktiven Aktivierung eines Albumin-basierten Oxaliplatin-Prodrugs**

Jens Fangmeyer, Torben J. Maas, Philipp Strohmidel, Jonas M. Will, Philipp Fronik,
Christian R. Kowol, Uwe Karst

Westfälische Wilhelms-Universität Münster, Institut für Anorganische und Analytische Chemie,
Corrensstraße 28/30, 48149 Münster, Deutschland

Quadratisch-planare Pt(II)-Komplexe kommen in mehr als einem Drittel aller chemotherapeutischen Behandlungen zum Einsatz. Seit der Zulassung von Cisplatin wurde eine große Vielfalt weiterer Substanzen entwickelt und untersucht. Im Großteil der Fälle führten schwerwiegende Nebenwirkungen durch die geringe Tumorselektivität dazu, dass mit Oxaliplatin und Carboplatin lediglich zwei Vertreter die weltweite Zulassung erlangten.

In den letzten Jahren fokussierte sich die Forschung verstärkt auf die Entwicklung oktaedrischer Pt(IV)-Komplexe, die als sogenannte Prodrugs fungieren und auf ihren Pt(II)-Analoge basieren. Durch die gezielte Wahl verschiedener axialer Liganden erhöht sich die Selektivität gegenüber Tumorgewebe und zudem steigt die Inertheit gegenüber Ligandenaustausch. Da diese Verbindungen erst unter den reduktiven Bedingungen im Innern des Tumorgewebes reduziert werden, sind sie deutlich weniger toxisch für gesunde Zellen und ermöglichen dadurch die Gabe höherer Dosen.

Die Gruppe um C. R. Kowol hat einen Oxaliplatin-basierten Pt(IV)-Komplex synthetisiert, der in axialer Position eine Maleimid-Einheit trägt, welche eine gezielte Kopplung an die freie Cys34-SH-Gruppe von humanem Serumalbumin (HSA) ermöglicht. HSA fungiert anschließend als Trägermolekül in die Tumorzellen. Obwohl der Prozess der reduktiven Aktivierung noch nicht komplett verstanden ist, zeigten In-vivo-Experimente bereits deutlich höhere Wirksamkeit als vergleichbare Studien mit konventionellem Oxaliplatin.[1]

In dieser Studie wurde mittels Kopplung von Elektrochemie und Massenspektrometrie die reduktive Aktivierung des Pt(IV)-HSA-Komplexes rein instrumentell simuliert. Zuerst wurde das optimale Reduktionspotential bestimmt und anschließend unter Zuhilfenahme von LC/ESI-MS und LC/ICP-MS-Methoden zwischen Oxaliplatin und anderen Pt-haltigen Spezies unterschieden. Die Quantifizierung von freigesetztem Oxaliplatin wurde mittels ICP-MS und Isotopenverdünnungsanalyse durchgeführt. Die reduktive Aktivierung des HSA-Addukts wurde bestätigt und das freigesetzte Oxaliplatin anhand der exakten Masse und des Isotopenverhältnisses eindeutig identifiziert.

[1] Mayr, J; Heffeter, P; Groza, D.; Galvez, L.; Koellensperger, G.; Roller, A.; Alte, B.; Haider, M.; Berger, W.; Kowol, C. R.; Keppler, B. K. Chem. Sci. 2017, 8 (3), 2241–2250



Doktorandenvortrag 4

Offline-2D-Chromatographie und Non-Target Screening zur Identifizierung von Unbekannten in Industrieabwässern

Kirsten Purschke, Markus Weber, Torsten C. Schmidt

Currenta GmbH & Co. OHG, Abt. Umweltanalytik, CHEMPARK Geb. Q18, D-51368 Leverkusen

Industrieabwässer der chemischen Industrie zeichnen sich durch hohe Belastungen verschiedenster Verbindungen in komplexer Matrix aus. Zur Überwachung wird in der Routineanalytik das anfallende Abwasser mittels Flüssigchromatographie mit UV-Detektion (LC-UV) analysiert. Regelmäßig gefundene Signale in der LC-UV, welche von bisher unzureichend gut charakterisierten Verunreinigung aus der chemischen Synthese resultieren, werden zu einer Liste von „bekannten Unbekannten“ zur weiteren Identifizierung hinzugefügt. Die Aufklärung dieser, steht für die Betreiber der Kläranlage (KA) im Vordergrund, ebenso wie die Überwachung des in die KA einströmenden Abwassers. Dadurch wird geprüft, ob Schadstoffe in die KA gelangen, die dort möglicherweise den biologischen Klärschritt beeinträchtigen oder ungeklärt in den Vorfluter gelangen könnten.

Die Flüssigchromatographie gekoppelt an die hochauflösende Massenspektrometrie (LC-HRMS) in Verbindung mit dem Non-Target Screening (NTS) wird heutzutage häufig zum Nachweis und zur Identifizierung solcher organischen Verbindungen in Oberflächen- und Abwässern eingesetzt. Dennoch bleibt die Identifizierung aufgrund der hohen Variabilität in Abwässern meist sehr zeitaufwendig und erfolglos. Dadurch werden Priorisierungsmethoden erforderlich, die zusätzlich, aufgrund der Probenkomplexität von Industrieabwässern, weitere Maßnahmen zur Vereinfachung der Identifizierung, wie zum Beispiel der Trennung von Störsignalen, bieten.

In dem Vortrag wird zur Priorisierung ein offline 2D-HeartCut-LC-UV / LC-HRMS-Ansatz vorgestellt, dessen Eignung beispielhaft durch die erfolgreiche Identifizierung einer „bekannten Unbekannten“ als Dichlordinitrophenol präsentiert wird. Die aufgeklärte Substanz stimmt in Retentionszeiten, UV-Spektren, exakten Massen und MS2-Spektren mit einem authentischen Referenzstandard überein. Dennoch zeigt das Beispiel, dass eine eindeutige Unterscheidung von Isomeren mittels HRMS trotz Level 1 Identifizierung nach der durch Schymanski et al [1] eingeführten Identifizierungs-Einstufung nicht immer möglich ist. Infolgedessen wurde eine weiterführende Strukturaufklärung mittels Kernspinresonanz (1H-NMR) durchgeführt, welche die Identität der unbekannten Substanz zwar bestätigt, das spezifische Substitutionsmuster jedoch nicht aufklärt.

Der offline 2D-HeartCut-LC-UV / LC-HRMS-Ansatz bietet eine leistungsstarke Möglichkeit, die Identität bisher unbekannter organischer Verbindungen in Industrieabwässern zu bestimmen.

[1] E. L. Schymanski et al., Environ. Sci. Technol., vol. 48, no. 4, pp. 2097–2098, 2014.



Doktorandenvortrag 5

Bakterielle Lungeninfektionen: Wie die Thermodesorption-GC-MS für eine Früherkennung von *Pseudomonas aeruginosa* eingesetzt werden kannTimo Köhler¹, Imke Ackermann¹, Jost Wingender², Ursula Telgheder³, Oliver J. Schmitz¹¹ Applied Analytical Chemistry & Teaching and Research Center for Separation, University of Duisburg-Essen, Universitaetsstr. 5, 45141 Essen, Germany² Biofilm Centre, University of Duisburg-Essen, Universitaetsstr. 5, 45141 Essen, Germany³ Instrumental Analytical Chemistry, University of Duisburg-Essen, Universitaetsstr. 5, 45141 Essen, Germany

Mukoviszidose (engl.: *cystic fibrosis*, CF) ist eine autosomal rezessiv vererbare Erkrankung, die zu einer Produktion von verdicktem Schleim im infizierten Organ (z.B. Lunge) führt. Die Bedingungen in der infizierten Lunge begünstigen polymikrobielle Infektionen, wie z.B. chronische Lungeninfektionen mit *Pseudomonas aeruginosa*. *P. aeruginosa* ist das Bakterium, welches sich zum Ende des Lebens von CF-Patienten in deren Lunge ansiedelt.

Diese *in vitro* Studie verwendet ein Biofilmmodell unter Bedingungen, welche denen in einer CF-Lunge ähneln, inklusive einer Probenahme von flüchtigen extrazellulären Metaboliten. Die Probenahme aus dem *in vitro* Modell erfolgte mit der Dünnschichtmikroextraktion (engl.: *thin film microextraction*, TFME) unter zur Hilfenahme von Polydimethylsiloxanfilmen (PDMS), welche vorab mittels Thermogravimetrie charakterisiert wurden, welche an ein qMS mit Atmosphärendruck-Photoionisation (TG-APPI-qMS) gekoppelt ist. Darüber hinaus wurde ein Reinigungssystem für die ausgewählten Folien entwickelt. Die Analyse der beladenen Filme erfolgte gaschromatographisch, gekoppelt mit einem Quadrupol-Massenspektrometer und der Thermodesorption (TD-GC-qMS). Die Methode wurde erfolgreich für Standards von flüchtigen Metaboliten, von denen bekannt war, dass sie von *P. aeruginosa* produziert werden, angewendet. Die Nachweis- und Quantifizierungsgrenze für mittlere und weniger polare Verbindungen mit dieser Methode liegt im unteren nanomolaren Bereich (0,5 nM und 1,5 nM). Ein Vergleich mit bereits publizierten Daten von Metabolomstudien des Bakteriums *P. aeruginosa* zeigt, dass diese Methode sowohl zur metabolischen Identifizierung als auch zur Quantifizierung in CF-Proben angewendet werden kann. Die entwickelte Methode wurde schließlich zur Untersuchung der extrazellulären flüchtigen Stoffwechselprodukte der Stämme *P. aeruginosa* DSM 50071, PAO1 und FRD1 unter aeroben und anaeroben Bedingungen eingesetzt. In dieser Studie konnte gezeigt werden, dass unterschiedliche atmosphärische Bedingungen (aerob und anaerob) dazu führen, dass verschiedene extrazelluläre flüchtige Metabolite emittiert werden. Verschiedene spezifische Metabolite, wie 1-Undecen (aerob; DSM 50071) und 2-Undecanon (anaerob; DSM 50071), konnten identifiziert werden.

Das entwickelte Biofilmmodell ermöglicht die Analyse extrazellulärer flüchtiger Metabolite verschiedener Mono- oder Co-Kulturen von Bakterien. Darüber hinaus ist die Anwendung auf Lungenerkrankungen problemlos möglich, sodass extrazelluläre flüchtige Metabolite unter CF-Lungenbedingungen analysiert werden können. Dies ermöglicht die Entwicklung einer nicht-invasiven Atemanalysemethode für CF-Patienten mit dem Fokus auf verschiedene bakterielle Infektionen.



Doktorandenvortrag 6

Charakterisierung von Phosphatidylethanolaminen in *Pseudomonas* Bakterien mittels LC-LC-HRMS

Carina M. Wienken, Patrick O. Helmer, Nils Kuhlbusch, Heiko Hayen

Westfälische Wilhelms-Universität Münster, Institut für Anorganische und Analytische Chemie,
Corrensstraße 30, 48149 Münster

Biotenside sind eine potenzielle Alternative zu herkömmlichen, petrochemisch synthetisierten Tensiden, die weniger toxisch und zudem biologisch abbaubar sind. Die Herstellung von Biotensiden ist aus erneuerbaren, leicht zugänglichen Materialien möglich. Zu den Biotensiden gehören beispielsweise Rhamnolipide, die aus Rhamnosemolekülen bestehen, an die Fettsäuren gebunden sind. Produziert werden Rhamnolipide von *Pseudomonas aeruginosa* und *Burkholderia glumae* Bakterien. Aufgrund der pathogenen Eigenschaften dieser Bakterien ist jedoch ihre Anwendung beeinträchtigt. Es wurde gezeigt, dass Rhamnolipide auch von den nicht-pathogenen *Pseudomonas putida* (*P. putida*) synthetisiert werden können.

Studien zeigen, dass die Fluidität von Zellmembranen durch das Vorhandensein von Rhamnolipiden beeinflusst werden kann. Membranen bestehen aus einer Lipid-Doppelschicht, die hauptsächlich aus Phospholipiden wie Phosphatidylglycerol oder Phosphatidylethanolamin (PE) besteht. Diese Lipide weisen ein Glycerol-Grundgerüst auf, an das eine polare Kopfgruppe, sowie Fettsäuren gebunden sind. Durch die Struktur der Lipide kann die Fluidität von Membranen beeinflusst werden. Doppelbindungen in den Fettsäuren der Lipide führen zu einer fluideren Membran. Daher sollen Veränderungen solcher Lipide analysiert werden, die durch die Rhamnolipidproduktion von *P. putida* induziert werden.

P. putida Lipidextrakte wurden mit einer zweidimensionalen Heart-Cut Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC) analysiert. In der ersten Dimension wird die hydrophile Interaktionsflüssigchromatographie (HILIC) eingesetzt, um die Phospholipidklassen nach ihren Kopfgruppen zu trennen. Der Heart-Cut Aufbau überträgt ausgewählte Lipidklassen über eine Probenschleife auf eine zweite Dimension. Durch die Umkehrphasen-Flüssigchromatographie (RPLC) in der zweiten Dimension wird die übertragene Lipidklasse weiter in einzelne Lipidspezies getrennt, wodurch die Ionensuppression reduziert wird und die Möglichkeit besteht isomere Lipide zu unterscheiden. Die Lipide wurden mittels hochauflösender Massenspektrometrie und MS/MS-Experimenten identifiziert. Ein besonderer Schwerpunkt lag auf PE-Spezies.

Der Vergleich der PE-Anteile in den Lipidextrakten von *P. putida* mit und ohne Rhamnolipidproduktion zeigt nach einer Wachstumsdauer von 3 h Unterschiede. Tendenzen zu weniger ungesättigten Fettsäuren werden bei der Rhamnolipidproduktion beobachtet. Der Lipidextrakt aus Rhamnolipid-produzierenden *P. putida*, der nach 3 h Wachstumszeit erhalten wurde, zeigt erhöhte Anteile von PE-Spezies, was auf eine Anpassung an die fluidisierende Wirkung von Rhamnolipiden auf Lipidmembranen hindeutet. Es wird eine Trennung verschiedener Lipidisomere beobachtet, von denen einige aus verschiedenen PE-Spezies mit unterschiedlichen an die Lipide gebundenen Fettsäuren bestehen. Andere Isomere könnten aus *cis/trans*- oder methylverzweigten Fettsäuren bestehen. Nach 24 h Wachstumszeit der *P. putida* kann ein Angleich der PE-Lipidveränderungen nach 3 h Wachstumszeit festgestellt werden.

**Doktorandenvortrag 7****Glutathione determination and ^{13}C -tracer analysis in cell cultures by HPLC-QTOFMS/MS**

Xueni Sun, Paul Heinrich, Raffaella S. Berger, Peter J. Oefner, Katja Dettmer

Institute of Functional Genomics, University of Regensburg, BioPark 9,
93053 Regensburg, Germany

Glutathione (GSH) is an essential intra- and extracellular antioxidant. The level of glutathione in the body is highly related to different disease states and is a useful indicator of disease risk and oxidative stress status. The measurement of GSH, oxidized glutathione (GSSG), and their ratio can give fundamental information on the redox status of cells and tissues. However, concentration determination cannot provide information on the origin and fate of a metabolite in the body. To achieve that, stable isotope tracing experiments are needed.

In this study, we have developed sensitive, selective, and comprehensive LC-MS-based methods for the absolute quantification of GSH, GSSG, and total reduced glutathione (tGSH), as well as ^{13}C -tracer analysis of tGSH. To achieve accurate GSSG determination, N-Ethylmaleimide (NEM) was used as derivatizing reagent to prevent GSH auto-oxidation by alkylation. GSSG was then detected by tandem mass spectrometry, with a QTOF-MS being operated in MRM mode with a 10 Da-Q1 selection window. Simultaneously, GSH was determined as GS-NEM adduct and detected by LC-UV. LOD, LLOQ, linear range, as well as GSH and GSSG recovery are assessed to valid the method. The developed combined LC-UV-MS/MS method was then applied to the simultaneous determination of GSH and GSSG in both LS174T wild type and MCT1/4 knock-out cells. MCT1 and MCT4 are two major monocarboxylate transporters which are required by rapidly growing glycolytic tumor cells to excrete the glycolytic end-product lactate in cotransport with H^+ . H_2O_2 treatment experiment demonstrates different sensitivities of the cells with/without MCT1/4 knock-out to oxidative stress by the determination of the ratio of GSH to GSSG. Furthermore, tGSH determination was also performed using dithiothreitol (DTT) reduction of glutathione disulfide and LC-QTOFMS/MS measurement. The method was validated by assessing the LOD, LLOQ, linear range, and GSH recovery. Finally, using a 20-Da wide Q1 window in MRM mode for HPLC-QTOFMS analysis, we were able to detect all isotopic labeling states of GSH extracted from HCT116 cells, both wild type and IDH1-R132H mutant cell line, fed with either ^{13}C -labeled glucose or glutamine.



Doktorandenvortrag 8

Glycosylation Profiling of Intact Monoclonal Antibodies by IP-RP HPLC-MS

Katharina Böttinger, Katrin Paul, Christoph Herwig, Therese Wohlschlager, Christian G. Huber

Department of Biosciences, Bioanalytical Research Labs, Christian Doppler Laboratory for Innovative Tools for Biosimilar Characterization, University of Salzburg, Hellbrunner Str. 34, 5020 Salzburg, Austria

Therapeutic monoclonal antibodies (mAbs) are used against a wide spectrum of diseases such as cancer or inflammatory diseases. mAbs have a broad range of structural macro- and micro-heterogeneities, e.g. post-translational modifications (PTMs) such as glycosylation, and other chemical transformations, which may vary from the originator drug product (1,2). IgG1-type mAbs, which are the major subclass of therapeutic mAbs, are N-glycosylated at a conserved Asparagine residue in the CH2 domain of both heavy chains (1). The protein expression system is very sensitive to fermentation process parameters such as pH, temperature, and media composition (3). Hence, mAbs vary with each manufacturing change resulting in a pool of glycovariants secreted into the fermentation broth.

Here, we apply a previously described “dilute-and-shoot” approach for the analysis of fermentation broth samples of a mAb production process (4). The workflow involves minimal sample preparation time and fast analysis using high-performance liquid chromatography (HPLC) hyphenated to high resolution mass spectrometry (HRMS). N-glycosylation profiles of a therapeutic mAb expressed under different fermentation conditions were monitored. Indeed, differences in the relative abundances of minor glycovariants and misassembled mAb domains were observed at different process conditions.

Thus, the obtained information on multiple attributes will be used to optimize bioprocess conditions.

1. Beck, A. & Liu, H. Macro- and Micro-Heterogeneity of Natural and Recombinant IgG Antibodies. *Antibodies* 8, 18 (2019).
2. Beck, A., Wagner-Rousset, E., Ayoub, D., Van Dorsselaer, A. & Sanglier-Cianféron, S. Characterization of Therapeutic Antibodies and Related Products. *Anal. Chem.* 85, 715–736 (2013).
3. Ehret, J., Zimmermann, M., Eichhorn, T. & Zimmer, A. Impact of cell culture media additives on IgG glycosylation produced in Chinese hamster ovary cells. *Biotechnol. Bioeng.* 116, 816–830 (2019).
4. Regl, C. et al. Dilute-and-shoot analysis of therapeutic monoclonal antibody variants in fermentation broth: a method capability study. *MAbs* 0862, (2019).

**Doktorandenvortrag 9****Mass Spectrometry and Infrared Spectroscopy of Glycosaminoglycans and their Binding to Gadolinium Imaging Probes**

Lukasz Polewski, Christian Manz, Andreas Zappe, Maike Lettow, Márkó Grabarics and Kevin Pagel

Department of Chemistry and Biochemistry, Freie Universität Berlin, Berlin
Department of Molecular Physics, Fritz Haber Institute of the Max Planck Society, Berlin

Glycosaminoglycans (GAGs) are linear and highly negatively charged polysaccharides. They are ubiquitous molecules which exhibit a wide range of biological functions and are involved in the tissue integrity, cell recognition, migration, proliferation and protein folding.

Although structurally simple at first glance, with a repeating backbone of alternating hexuronic acid and hexosamine dimers, GAGs exhibit a highly complex structure, which results from their heterogeneous sulfation pattern. Even though structurally poorly understood, there has been increasing evidence that GAGs can transchelate gadolinium-based magnetic resonance imaging contrast agents. This unintended release of gadolinium (III) cations is the leading cause of nephrogenic systemic fibrosis. To date, however, the lack of pure GAG samples has hindered a detailed elucidation of the underlying mechanism and only soft evidence of a GAG-induced gadolinium release has been reported. IR spectroscopy in combination with mass spectrometry could provide great insight into the possible gadolinium binding and help to elucidate the structure-binding relationship of the observed complexes. However, to reduce the complexity of the highly heterogeneous GAG samples for further IR studies, a purification by HPLC is necessary.

In this work we demonstrate the purification and isolation of GAG fragments from low-molecular-weight-heparin Enoxaparin using size-exclusion chromatography (SEC) and strong anion exchange chromatography (SAX). Additionally, we provide the first direct evidence for GAG-gadolinium binding using the synthetic model substance Fondaparinux and the low-molecular-weight-heparin enoxaparin. IRMPD based action spectroscopy and CID-MS/MS-experiments in combination with ion mobility spectrometry revealed possible binding sites for gadolinium in fondaparinux, with surprisingly strong binding contribution from hexuronic acid side chains. Our data represent the first direct insights on this complex interaction and will in the future help to unravel the molecular details of GAG-induced gadolinium transchelation from MRI contrast agents.



Doktorandenvortrag 10

Analytik von Oxylipinen in Plasma: Laborübergreifende Vergleichbarkeit und Präzision

Malwina Mainka, Nils Helge Schebb

Lehrstuhl für Lebensmittelchemie, Fakultät für Mathematik und Naturwissenschaften, Bergische Universität Wuppertal, Gaußstraße 20, 42119 Wuppertal

Oxidationsprodukte mehrfach ungesättigter Fettsäuren, sog. Oxylipine, sind potente Lipidmediatoren, die an der Regulation zahlreicher physiologischer Prozesse wie Entzündungen beteiligt sind. Die Modulation des Oxylinprofils als Reaktion auf pharmazeutische oder diätetische Intervention wird in vielen klinischen Studien untersucht. Die Handhabung und Aufarbeitung von biologischen Proben, z.B. Blutplasma, für die Oxylinbestimmung ist jedoch nicht standardisiert und unterscheidet sich zwischen analytischen Laboren. Um reproduzierbare und studienübergreifend vergleichbare Oxylinkonzentrationen zu bestimmen, bedarf es robuster analytischer Methoden zur Quantifizierung von Oxylipinen mit hoher Sensitivität, Präzision und Richtigkeit.

Im Rahmen eines internationalen Ringversuchs wurde die Variabilität der Oxylinanalytik untersucht. Die Probenaufarbeitung erfolgte nach einem optimierten Protokoll zur Quantifizierung von veresterten Oxylinen, das die Lipidextraktion und Proteinfällung, Verseifung von Lipiden mittels alkalischer Hydrolyse und Festphasenextraktion freigesetzter Oxyline umfasst [1]. Die Analyse wurde mittels einer sensitiven LC-ESI(-)-MS/MS-Methode mit optimierten massenspektrometrischen und chromatographischen Parametern durchgeführt [2,3]. Der quantitativen Analytik liegt eine 160 Oxyline umfassende gemeinsame Standardkalibrierreihe mit isotoenmarkierten internen Standards zugrunde [4]. Oxyline wurden insgesamt in sieben verschiedenen Plasma-Pools im Triplikate an zwei aufeinanderfolgenden Tagen analysiert. In allen Laboren lagen durchschnittlich 84 Oxyline (53%) über der Bestimmungsgrenze. Die Varianz innerhalb eines Tages und die Wiederholpräzision waren zufriedenstellend, jedoch wurden in den Laboren für einzelne Oxyline signifikant unterschiedliche Konzentrationen bestimmt. Insbesondere konnten Epoxyfettsäuren als kritische Analyten identifiziert werden, die eine hohe Varianz in den Konzentrationen aufwiesen.

Zusammenfassend konnten wir zeigen, dass unter Anwendung von im hohen Maße standardisierter Methode zuverlässige, reproduzierbare und vergleichbare Oxylinprofile generiert werden. Nur durch die Verwendung eines detaillierten Protokolls sowohl zu Probenvorbereitung, als auch für die Kalibrierung, sowie einer optimierten LC-MS Methode können für diese instabilen Analyte in natürlich vorkommenden geringen Konzentrationen valide und studienübergreifend vergleichbare Ergebnisse erzielt werden.

[1] Ostermann et al., Prostag Oth Lipid M 2019, accepted [2] Rund et al., Anal Chim Acta 2018, 1037, 63-74. [3] Kutzner et al., Front Pharmacol 2019, 10, 169. [4] Hartung et al., Prostag Oth Lipid M 2019, 141, 22-24.

**Doktorandenvortrag 11****Bestimmung niedermolekularer, polarer Metabolite in Arabidopsis Thaliana Extrakten mittels LC-MS**

Hannah Schöttler, Heiko Hayen

Westfälische Wilhelms-Universität Münster, Institut für Anorganische und Analytische Chemie,
Corrensstraße 30, 48149 Münster

Die Identifizierung und die Quantifizierung von Metaboliten ist aufgrund ihrer Relevanz für einen funktionsfähigen Organismus von besonderem Interesse in verschiedenen biologischen und medizinischen Forschungsbereichen. Vor allem niedermolekulare, anionische Metabolite, welche, wichtige Bestandteile des zentralen Kohlenstoffmetabolismus sind, stellen eine Herausforderung für analytisches Arbeiten dar. Gleichzeitig bietet sich jedoch die Betrachtung von Stoffwechselprozessen, wie der Glykolyse, des Pentose-Phosphat-Zyklus und des Citratzyklus, besonders gut für die Untersuchung möglicher Beeinflussungen des Zellmetabolismus an.

Mithilfe der hydrophilen Interaktionsflüssigchromatographie (HILIC) und der Kapillar-Ionenaustausch-Chromatographie (Cap-IC) war es möglich die anionischen Verbindungen chromatographisch zu trennen und nach negativer Elektrosprayionisierung im Massenspektrometer zu detektieren. Mittels der hochauflösenden Massenspektrometrie (HR-MS) konnten die detektierten, deprotonierten Molekülonen sicher identifiziert und mithilfe eines Triple-Quadrupole Massenspektrometers im MRM-Modus sensitiv quantifiziert werden.

Anschließend wurde die entwickelte Trennmethode zur Metabolitbestimmung in verschiedenen Arabidopsis Thaliana Pflanzenextrakten verwendet. Die A. Thaliana wird in der Genetik als Modellorganismus für die Untersuchung von Genmutationen verwendet. In den durchgeführten Analysen wurden neben den Wildtypzellen auch spezifisch mutierte Pflanzenzellen betrachtet, die eine gesteigerte Enzym- und Stoffwechselaktivität zeigen. Hierbei sollte untersucht werden, ob die Mutation sich somit auf die Metabolitgehalte in den Pflanzenzellen auswirkt.



Doktorandenvortrag 12

Entwicklung einer dualen ESI-APCI-Ionisationsquelle für LC-MS/MS-Analysen

Dominik Brecht, Florian Uteschil, Oliver J. Schmitz

Universität Duisburg-Essen, Applied Analytical Chemistry Universitätsstraße 5, 45141 Essen, Germany

Die Nachfrage nach Hochdurchsatzmethoden für LC-MS ist ein wachsender Markt in der analytischen Chemie, dabei liegt ein besonderes Augenmerk auf der Entwicklung von Ionenquellen für die Massenspektrometrie [1,2]. In dieser Arbeit soll eine Ionenquelle konstruiert werden, die in der Lage ist, die Analyten durch Elektrosprayionisation (ESI) oder Chemische Ionisation bei Atmosphärendruck (APCI) zu ionisieren. Diese neue Ionenquelle soll die Leerlaufzeit eines Massenspektrometers verkürzen, um die Effizienz massenspektrometrischer Analysen zu steigern. Dabei müssen jedoch Kompromisse eingegangen werden, da ESI- und APCI-Ionisation auf unterschiedlichen Ionisationsmechanismen beruhen. Die ESI-Ionisierung findet in der Flüssigphase und die APCI-Ionisierung in der Gasphase statt. Daher besteht die Herausforderung, die richtige Temperatur zu finden, um beide Quellen so effizient wie möglich zu verwenden. Eine weitere Einstellmöglichkeit ist die richtige Wahl der Gasflüsse, die die Ionisierung von ESI und APCI drastisch beeinflussen.

Die duale Ionenquelle besteht aus einer ESI- und der APCI-probe, die in einem Ionenquellengehäuse kombiniert wurden. Dies führt zu zwei Einlässen für das Eluat der HPLC. Der hohe Probandurchsatz wird durch die Kopplung von zwei HPLCs mit einem Sechs-Wege-Umschaltventil realisiert, das zwischen den beiden HPLCs und den beiden probes der Ionenquelle umschaltet. So injiziert HPLC 1 das Eluat in die ESI und nach dem Umschalten des Ventils wird das Eluat von HPLC 2 in die APCI überführt. Somit ist eine schnelle aufeinanderfolgende Analyse von zwei Proben mit unterschiedlichen Ionisationsmodi möglich.

[1] M.-Z. Zhu, G.-L. Chen, J.-L. Wu, N. Li, Z.-H. Liu, M.-Q. Guo, Recent development in mass spectrometry and its hyphenated techniques for the analysis of medicinal plants, *Phytochemical analysis PCA* 29 (4) (2018) 365–374. [2] J. Zheng, R. Mandal, D.S. Wishart, A sensitive, high-throughput LC-MS/MS method for measuring catecholamines in low volume serum, *Analytica chimica acta* 1037 (2018) 159–167.

**Doktorandenvortrag 13****Comparing different particle morphologies against a benchmark – can state of the art zwitterionic chiral ion-exchangers be improved?**

Christian Geibel, Kristina Dittrich, Ulrich Woiwode, Michal Kohout, Tong Zhang, Wolfgang Lindner, Michael Lämmerhofer

Institute of Pharmaceutical Sciences, Pharmaceutical (Bio-)Analysis, University of Tübingen,
Auf der Morgenstelle 8, 72076 Tübingen, Germany

Chiral separation by liquid chromatography has to some extent reached maturation levels what the chiral selector chemistries is concerned. A large variety of chiral stationary phases are commercially available which allow the separation of virtually any chiral compound. However, the state of art in particle technology is still lagging behind that of reversed phase LC. Only recently some chiral columns based on sub-2 μm particles and core-shell particles have become commercially available. As different particle morphologies should be compared in this work, zwitterionic chiral ion-exchange selectors (ZWIX) were immobilized on different silica gel based particles. Superficially porous particles (SPP) were compared to benchmark fully porous particles (FPP), also the particles differed in diameter as well as in pore size. The benchmark column was endowed with 120 $\text{\AA}$ 3 μm FPP. The experimental columns had all wider pores, namely 200 $\text{\AA}$ 3 μm FPP and 160 $\text{\AA}$ 2.7 μm SPP. For the sake of determining external and internal particle porosities, inverse size exclusion chromatography (ISEC) was carried out. Selector coverage was determined by elemental analysis. To thoroughly study in depth the chromatographic performance of the chiral stationary phases (CSPs), both van Deemter plots and kinetic plots have been recorded, using as chiral analyte 2-amino-2-phenylbutyric acid (APBA). In general, the SPP based column showed the best results, being able to baseline separate APBA in less than 15 seconds (column dimensions: 50x3 mm I.D.).

In further steps, individual peak dispersion contributions were deconvoluted. By doing this, the diffusion process in both the FPP and the porous layer of the SPP should be investigated more precisely. Maxwell effective medium theory (EMT) using second order EMT expression was exploited as tool to gain insight into individual peak dispersion contributions. From these data, different peak dispersion terms (h_a , h_b , $h_{c,m}$, $h_{c,s}$, $h_{c,ads}$) could be derived.

To find a temperature optimum, a temperature dependence study was carried out. Furthermore, the versatility of this selector has been proven by separating a set of different analytes (acidic, zwitterionic and basic).

As a result of our work, it can be concluded that the SPP column outperformed all other tested columns. This shows new promising opportunities to further improve ZWIX based columns, namely replacing FPP by SPP, reducing the selector density per mass unit and by using wide-pore silica gel.



Doktorandenvortrag 14

Chipbasierte Multiple Heart-Cut 2D-HPLC/MS für die Analyse komplexer Probengemische

Sebastian Piendl, Detlev Belder

Universität Leipzig, Institut für Analytische Chemie, Linnéstraße 3, 04103 Leipzig, Deutschland

Eine aktuelle Herausforderung in der modernen analytischen Chemie ist die Analyse immer komplexerer Proben z.B. auf dem Gebiet der Metabolom-, Proteom- oder Umweltanalytik, da immer höhere Trennleistungen und Peakkapazitäten bei gleichzeitiger Verkürzung der Analysenzeiten benötigt werden. In der Routineanalytik wird für die Analyse solcher Probengemische häufig die leistungsfähige Multiple Heart-Cut 2D-HPLC/MS eingesetzt, da sie aufgrund der unterschiedlichen Selektivitäten in beiden Trenndimensionen und der anschließenden Kopplung mit der Massenspektrometrie die Trennung und Identifizierung eines breiten Analytspektrums erlaubt. Eine große instrumentell-technische Herausforderung bei der Entwicklung leistungsstarker multidimensionaler HPLC-Methoden besteht in der effizienten Verbindung der beiden Trenndimensionen. Hierbei ist ein wichtiger Aspekt die Minimierung von Totvolumina, um Peakverbreiterungen beim Übergang von der ersten in die zweite Dimension vermeiden zu können.

Ein vielversprechender Ansatz zwei Trenndimensionen totvolumenfrei miteinander zu koppeln ist die Anwendung der sogenannten Lab-on-a-Chip Technologie. Durch die nahtlose Verknüpfung unterschiedlicher Injektions-, Trennungs- und Detektionsfunktionalitäten auf einer mikrofluidischen Plattform können Bandenverbreiterungseffekte auf ein Minimum reduziert und damit hohe Trennleistungen innerhalb kürzester Analysenzeiten erreicht werden.

Für die hier vorgestellte erstmalige Realisierung der Multiple Heart-Cut 2D chip-HPLC wurde ein neues Chipdesign entwickelt, welches die vollständige Integration zweier partikulärer Phasen in einem hochdruckstabilen Quarzglas-Chip erlaubt. Zur Vermeidung von Trenneffizienzverlusten bei der Injektion oder beim Transfer der winzigen Analytmengen, wurden sowohl ein Injektions- als auch ein Transferkreuz in den Chip integriert. Diese erlauben die totvolumenfreie Injektion der zu analysierenden Probe unmittelbar auf den Säulenkopf der ersten Trenndimension sowie die effiziente Überführung bereits getrennter Analyten auf den Säulenkopf der zweiten Trennsäule. Um interessante Eluatfraktionen nach der ersten Trenndimension zerstörungsfrei erkennen und damit den Transferprozess für ein möglichst breites Analytspektrum nutzen zu können, wurde direkt nach der ersten Trennsäule die markierungsfreie Fluoreszenzdetektion mit Anregung im Tief-UV Spektralbereich implementiert. Die Detektion nach der zweiten Trenndimension erfolgt durch die nahtlose Kopplung des 2D-Chips mit der Elektrospray-Massenspektrometrie. Mit dem neu entwickelten integrierten Chipsystem ist es nun erstmals möglich, sehr komplexe und anspruchsvolle Proben, wie etwa Pestizidgemische oder einen tryptischen Verdau von Proteinen, in kürzester Zeit und mit minimalem Ressourcenverbrauch zu analysieren.



Doktorandenvortrag 15

Baukleines Ionenmobilitätsspektrometer mit integrierter Wechselfeldzone zur orthogonalen Ionentrennung und kollisionsinduzierten Dissoziation und Fragmentierung für eine verbesserte SubstanzidentifikationAlexander Bohnhorst, Yu Yin, Stefan Zimmermann

Leibniz Universität Hannover, Institut für Grundlagen der Elektrotechnik und Messtechnik,
Fachgebiet Sensorik und Messtechnik, Appelstr. 9A, 30167 Hannover, Deutschland

Die Ionenmobilitätsspektrometrie (IMS) ist eine aus der Analytik bekannte Methode, welche im Bereich mehrdimensionaler Trenntechniken unter anderem als Detektor für Gaschromatographen (GC) oder für die Vortrennung in Massenspektrometern (MS) Anwendung findet. Sie umfasst eine Klasse von Trennmethoden, in der Ionen meist unter dem Einfluss eines schwachen elektrischen Feldes anhand ihrer Mobilität in einem Gas getrennt und charakterisiert werden.

Durch die in der Spurengasanalytik häufig verwendete Atmosphärendruckionisation (engl. atmospheric pressure chemical ionisation, APCI) erreicht die IMS Nachweisgrenzen im unteren pptv-Bereich bei Messperioden von wenigen Sekunden. Derart schnelle Antwortzeiten und geringe Nachweisgrenzen in Kombination mit einer sehr kompakten Bauweise moderner Driftzeit-Ionenmobilitätsspektrometer ermöglichen auch abseits der Analytik in vielen Anwendungen einen erfolgreichen Einsatz solcher Systeme. So ist die IMS in vielen Teilbereichen der Sicherheitstechnik - wo eine sekundschnelle Erfassung und Identifikation präsender Gefahrenstoffen von eminenter Bedeutung ist – seither das vorherrschende Verfahren.

Aufgrund der Abhängigkeit der Ionenmobilität von den Umgebungsbedingungen, die in Feldanwendungen nicht hinreichend kontrolliert werden können, sind selbst hochauflösende IMS Systeme nicht in der Lage, eine zuverlässige Substanzidentifikation abseits von Laborbedingungen zu gewährleisten. In Feldanwendungen kann dies zu einer hohen Rate von falsch positiven oder gar falsch negativen Ergebnissen und einer sinkenden Akzeptanz der Anwender gegenüber dieser Technologie führen. Diesem Problem zu begegnen stellt daher den Kernpunkt aktueller Forschung dar.

Da der klassische Ansatz einer mehrdimensionalen Trennung, z.B. mittels GC, zur Auflösung von falsch positiven Ergebnissen für viele Anwendungen zu viel Zeit in Anspruch nimmt oder aufgrund des instrumentellen Aufwands nicht möglich ist, werden die Ionen in dem hier vorgestellten Field Asymmetric Time of Flight Ion Mobility Spectrometer (FAT-IMS) stattdessen gezielt hohen elektrischen Wechselfeldern ausgesetzt. Die hierbei zugeführte Energie kann zu einer substanzabhängigen Mobilitätsänderung oder sogar zu einer kollisionsinduzierten Dissoziation (engl. collision induced dissociation, CID) oder Fragmentierung der Ionen selbst bei Umgebungsdruck führen. Die auf diese Weise gewonnenen zusätzlichen Informationen lassen eine wesentlich verbesserte Identifikation, auch unter wechselnden Umweltbedingungen, zu.



Doktorandenvortrag 16

Hochenergie-Ionenmobilitätsspektrometrie (HiKE-IMS) für die Untersuchung der Ionenchemie in der Gasphase

Maria Allers, Ansgar T. Kirk, Nikolaj von Roßbitzky, Stefan Zimmermann

Leibniz Universität Hannover, Institut für Grundlagen der Elektrotechnik und Messtechnik,
Fachgebiet Sensorik und Messtechnik, Appelstr. 9A, 30167 Hannover, Deutschland

In der Ionenmobilitätsspektrometrie (IMS) und der Massenspektrometrie (MS) sind die Prozesse der chemischen Ionisation bei Atmosphärendruck (engl. Atmospheric Pressure Chemical Ionization, APCI) von großer Bedeutung. Bei der APCI werden zunächst die Hauptbestandteile der Gas- atmosphäre im Ionisationsbereich, i.d.R. Stickstoff oder Luft, ionisiert. Die hierbei gebildeten Primär- ionen reagieren sehr schnell zu langlebigen Reaktantionen, welche wiederum beim Stoß mit einem Analytmolekül ihre Ladung an dieses abgeben können. Aufgrund der hohen Stoßrate werden bestimmte Analytmoleküle hierbei sehr effizient ionisiert. Ob und mit welcher Effizienz eine Ionisation auf diese Weise möglich ist, hängt allerdings von den stoffspezifischen Eigenschaften der Analyt- moleküle sowie von der Population der Reaktantionen ab. Letztere wird maßgeblich von der Reak- tionszeit, der kinetischen Ionenenergie und der Feuchte beeinflusst.

Im Bereich der Massenspektrometrie werden diese Zusammenhänge in komplexen Ion-Molekül- Reaktoren gezielt ausgenutzt, um möglichst optimale Bedingungen für die Ionisation bestimmter Analytmoleküle zu schaffen. Dies kann beispielsweise mittels Vorauswahl der Reaktantionen (SIFT- MS) oder durch erhöhte kinetische Energien während der Reaktion (PTR-MS) geschehen. Aller- dings erschwert die Ionentransferstufe zwischen Ion-Molekül-Reaktor und Massenspektrometer aufgrund von Fragmentierungsprozessen und Massendiskriminierungseffekten die Interpretation der Messergebnisse hinsichtlich der Struktur der jeweiligen Ionen.

Eine Alternative stellt das Hochenergie-Ionenmobilitätsspektrometer (engl. High Kinetic Energy IMS, HiKE-IMS) [1] dar. Beim HiKE-IMS wird ein Ion-Molekül-Reaktor an ein IMS gekoppelt. Sowohl der Ion-Molekül-Reaktor als auch das IMS arbeiten bei gleichem Druck zwischen 10 und 60 mbar, wobei sich in beiden Regionen unabhängig voneinander reduzierte elektrische Feldstärken bis 120 Td einstellen lassen. Auf diese Weise kann die Ionisation im HiKE-IMS gezielt beeinflusst werden. Zusätzlich erlaubt das HiKE-IMS die Untersuchung dieser chemischen Ionisationsprozesse in der Gasphase in Abhängigkeit der kinetischen Ionenenergie, des Drucks und der Feuchte, und ermög- licht die Messung von Clusterübergängen, da die Generation, Separation und Detektion der Ionen unter denselben Bedingungen stattfinden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde das HiKE-IMS genutzt, um die bei einer Korona-Entladung erzeugten Reaktantionen in Luft und Stickstoff in Abhängigkeit der kinetischen Ionenenergie und Feuchte zu untersuchen. Die auftretenden Reaktant- ionenspe- zies wurden mit Hilfe einer HiKE-IMS-MS Kopplung identifiziert.



Doktorandenvortrag 17

Optimierung und Anwendung eines mikrofluidischen Glasinterfaces für die 2D-KapillarelektrophoreseBenjamin M. Rudisch, Hannes-G. Graf, Tanja Melzer, Carolin Huhn

Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Auf der Morgenstelle 18, 72076 Tübingen

Seit ihrer Einführung Mitte der 1980er Jahre hat sich die zweidimensionale Flachbett-Gelelektrophorese als wichtiges Werkzeug im Bereich der Proteomics etabliert. Wegen der deutlich kürzeren Analysezeiten, einfacheren Automatisierbarkeit und besserer Kopplung mit der Massenspektrometrie ist der Wechsel hin zu kapillarbasierten, elektrophoretischen Trennungen eine vielversprechende Alternative. Dabei stellt die Entwicklung solcher 2D CE Systeme vor allem wegen der geringen zu überführenden Probenvolumina und der nötigen Hochspannungskompatibilität und –kontrolle besondere Anforderungen an das Kopplungsinterface. Zusätzlich führen bereits geringste Totvolumina im Interface zu einer problematischen Bandenverbreiterung. In der Literatur sind daher verschiedene Ansätze beschrieben, die unter anderem auf der Adaption verfügbarer Bauteile aus der LC beruhen.[1,2] Die limitierte Möglichkeit zur Integration von Detektoren für die flexible und genaue Bestimmung des Transferzeitpunkts erschwert den Einsatz in der Praxis bisher.

Ausgehend von den beschriebenen Anforderungen wurde ein mikrofluidisches Interface für die Kapillarkopplung entwickelt, das bei einfacher Plug&Play-Kapillarverbindung ein minimales Totvolumen aufweist. Unterschiedliche Formate des Interfaces wurden bezüglich der Anwendung für die ITP/CE-MS und cIEF/CE-MS optimiert. Die mikrofluidischen Bauteile wurden mittels selektivem Laserätzen aus Quarzglasrohlingen gefertigt. Diese Technik ermöglicht den Zugang zu mikrofluidischen Strukturen in 3D mit einer Genauigkeit von wenigen Mikrometern, sodass Kanalstrukturen sowie Anschlüsse für die on-Chip Leitfähigkeitsdetektion implementiert werden können. Die Entwicklung eines Grenzflächenventils ermöglicht ein einfaches Umschalten zwischen unterschiedlichen Trennkanälen mehrerer Kapillaren und damit die Kopplung der zwei Dimensionen. Druck- und Spannungsfestigkeit wurden dabei durch die chemische Modifikation der den Kanal umgebenden Flächen erreicht. Die Entwicklung eines im Glas integrierten kontaktlosen Leitfähigkeitsdetektors ermöglicht die intermediäre Detektion und damit eine präzise Kontrolle des Probentransfers. Das Interface wurde auf Spannungs- und Druckfestigkeit untersucht und die Praxistauglichkeit anhand einer Anwendung getestet.[3]

- [1] L. Sheng, J. Pawliszyn, *Analyst* 2002 (127), 1159-1163.
- [2] J. Hühner, C. Neusüß, *Anal. Bioanal. Chem.* 2016 (408), 4055-4061.
- [3] D. Sydes et al., *Electrophoresis* 2016 (37), 3020-3024.



Doktorandenvortrag 18

Online mass spectrometry of CE (SDS)-separated proteins by two-dimensional capillary electrophoresis

Jennifer Römer, Cristina Montealegre, Johannes Schlecht, Steffen Kiessig, Bernd Moritz, Christian Neusüß

Faculty of Chemistry, Aalen University, Beethovenstraße 1, 73430 Aalen, Germany

During production and storage of monoclonal antibodies, impurities can be observed and structural modifications may occur. Due to their possible influence on the therapeutic activity and function, a detailed characterization of these modifications and impurities are of outstanding importance [1]. For the purity assessment and quality control, CE(SDS) is a widely used analytical method for the determination of protein mass heterogeneity in pharmaceutical industries. Mass spectrometry (MS) is a powerful tool for the identification of proteins. Due to MS-interfering compounds online hyphenation of CE(SDS) and MS is not possible. Therefore, a two dimensional CE-system with a mechanical valve as interface and an online SDS removal strategy was developed in our research group. With this CE(SDS)-CZE-MS setup, the online MS-characterization of CE(SDS) separated proteins is possible.

Here, we present the technical setup and the principle of the CE(SDS)-CZE-MS system. With the implemented mechanical valve, it is possible to transfer small volumes in the nL-range and to apply high voltage for the electrophoretic separation. To obtain mass spectra of proteins complexed with SDS, an online SDS removal base on co-injection plays an important role in this setup and will be explained in detail. This is the first system that enables to obtain online mass spectra from CE(SDS) separated peaks. The characterization of different CE(SDS) separated proteins will be shown. Amongst others, the MS characterization of impurities in stressed intact antibodies will be presented. The relevance of the CE(SDS)-CZE-MS system for the analysis of structural more complex bispecific antibodies will be demonstrated. Additional, further improvements of the 2D-CE-system regarding the efficiency of SDS removal, robustness and sensitivity will be discussed.

1. Moritz B, Schnaible V, Kiessig S, Heyne A, Wild M, Finkler C, et al. Evaluation of capillary zone electrophoresis for charge heterogeneity testing of monoclonal antibodies. J Chromatogr B. 2015;983–984:101–10



Doktorandenvortrag 19

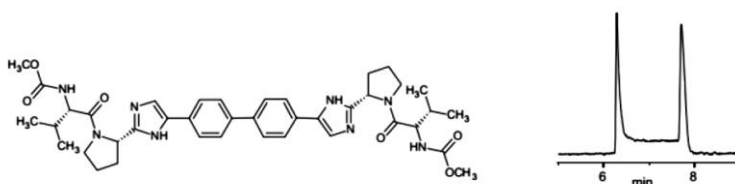
Capillary electrophoresis and NMR methods to explain the complexation of Daclatasvir with γ -cyclodextrin

Sulaiman Krait, Gerhard Scriba, Christian Neusüß, Lukas Naumann

Lehrstuhl für Pharm./Medizinische Chemie, Philosophenweg 14, 07743 Jena

Daclatasvir (DCV) is an antiviral drug used for the treatment of hepatitis C by inhibiting the hepatitis C virus nonstructural protein 5A (NS5A). The molecule has 4 chiral centers and DCV has SSSS configuration.

While screening different cyclodextrins as possible chiral selectors, it was noticed that adding γ -CD to phosphate buffer pH = 2.5 yielded two peaks with a plateau between them even with DCV alone or its pure enantiomer.



Left: DCV formula, **right:** Electropherogram of DCV 500 $\mu\text{g. mL}^{-1}$ (40/50.2 cm, 50 μm FS capillary, 50 mM sodium phosphate buffer pH= 2.5, 20 °C, 20 kV.)

Additional CE experiments showed a coalescence of the two peaks at higher temperature (approx. 40° C), higher pH values (ca. pH= 4.0). Varying the concentrations of the sample, the phosphate buffer, or γ -CD in the BGE only affected the relative heights of the two peaks, the distance between them, or the height of the plateau. This peak splitting was also persistent when analyzing DCV with a plain phosphate buffer pH = 2.5 and mixing γ -CD with the sample.

ROESY NMR experiments for structure elucidation of the DCV: γ -CD complex at 25° C and 40° C concluded the formation of two different inclusion complexes with 1:1 and 2:1 stoichiometry

(DCV: γ -CD). This was also proven by MS direct infusion and CE-MS experiments. Interestingly, the DCV: γ -CD complexes possess a higher charge density so that they migrate faster than DVC.



Doktorandenvortrag 20

Transition metal speciation in lithium ion battery electrolytes by means of capillary electrophoresis

Lenard Hanf, Martin Winter, Sascha Nowak

University of Münster, MEET Battery Research Center, Institute of Physical Chemistry,
Corrensstraße 46, 48149 Münster, Germany

In today's lithium ion batteries (LIB), several transition metals (TM) like iron, manganese, cobalt, and nickel are commonly used as lithium TM oxides for cathode materials. Also, copper is used as current collector for the negative anode. It is frequently discussed in the literature, if the dissolution of these TM might have negative effects on the LIB lifetime in addition to the capacity loss of the cathodes.[1] Even more, the dissolution mechanisms are still under discussion and not fully understood so far and could be caused by (1) material defects, (2) lattice stress, resulting from lithium insertion and de-insertion, (3) acidic corrosion or (4) disproportionation of structural Mn^{3+} to Mn^{4+} and soluble Mn^{2+} . [2,3] The investigation of the oxidation states of the dissolved TM could help to get a better understanding on the present dissolution mechanism(s). Recent studies on the oxidation states of dissolved manganese for instance, indicated a more complex dissolution mechanism for manganese, due to the formation of Mn^{2+} and Mn^{3+} . [4] The dissolution of Mn^{3+} is contrary to previous discussed and postulated dissolution mechanisms. Unlike for manganese, no investigation of other TM species were performed so far. The organic solvent-based electrolytes, the water free conditions but also the use of different additives could promote the dissolution of more labile TM species like Fe^{2+} , Mn^{3+} , Co^{3+} or Cu^{+} .

Capillary electrophoresis is the ideal technique for the investigation of TM species, due to the wide range of running buffers and complexing agents, which allow an optimal stabilization of these species. Even more, the simultaneously separation of anionic and cationic TM-complexes can be performed in a single run, with high sensitivities of the complexes in the $\mu g/L$ range. In this work, several CE methods were developed for the investigation of $Fe^{2+/3+}$, $Mn^{2+/3+}$, $Co^{2+/3+}$ and $Cu^{+/2+}$ in LIB electrolytes. Not only the sample preparation was optimised, but also the methods, to achieve highest stabilities of these species. Several TM dissolution experiments were performed and the electrolytes were investigated afterwards regarding the different oxidation states of the dissolved TM.

References

- [1] K. Amine et al., J. Power Sources 2004, 129, 14-19.
- [2] M. Evertz et al., J. Power Sources 2016, 329, 364-371.
- [3] M. M. Thackeray et al., Mater. Res. Bull. 1984, 19, 179-187.
- [4] Y. Shilina et al., Anal. Chem. 2016, 88, 4440-4447.



Doktorandenvortrag 21

Hyphenation of electrochemistry and mass spectrometry and its application to nucleobase oxidationThomas Herl, Frank-Michael Matysik

Universität Regensburg, Universitätsstraße 31, 93053 Regensburg

The hyphenation of electrochemistry and mass spectrometry (EC-MS) is a powerful technique for the investigation of redox reactions. By using disposable electrodes for electrochemical oxidation or reduction of sample solutions, time-consuming electrode maintenance procedures and memory effects can be avoided as electrodes can easily be replaced by new ones. A large amount of different commercially available electrode materials guarantees high flexibility. A setup for direct EC-MS based on electrochemical flow cells coupled to electrospray ionization-mass spectrometry (ESI-MS) via fused silica capillaries was characterized. This approach offered the advantages of simple setup, high flexibility in flow conditions as well as tubing dimensions, and fast detection of generated species, as no separation step was included [1]. A fast identification of oxidized species was possible within a range of seconds between generation at the electrode and detection in MS. However, the missing separation can lead to ion suppression effects and complicated data evaluation. Electrochemistry coupled to capillary electrophoresis and mass spectrometry (EC-CE-MS) allows for sampling into the separation system directly from the electrode surface by hydrodynamic injection protocols. A fast separation can be achieved using high separation voltages and short capillaries and time delays between oxidation and separation are minimized [2]. Thus, information on migration behavior can be combined with mass spectra of isolated compounds. A miniaturized injection cell for non-aqueous EC-CE-MS based on thin-film electrodes was developed and characterized [2]. Another application of EC-CE-MS was the investigation of cytosine [3] and thymine oxidation on screen-printed carbon electrodes.

Literature:

- [1] T. Herl, F.-M. Matysik, Tech. Mess. 2017, 84, 672.
- [2] T. Herl, N. Heigl, F.-M. Matysik, Monatsh. Chem. 2018, 149, 1685.
- [3] T. Herl, L. Taraba, D. Böhm, F.-M. Matysik, Electrochem. Commun. 2019, 99, 41.



Doktorandenvortrag 22

Analytik verschiedener Flavonoide und ihrer Abbauprodukte in Tee und Zellkultursystemen mittels HPLC-qTOF-MS

Julian Alfke, Melanie Esselen

Westfälische Wilhelms-Universität Münster, Institut für Lebensmittelchemie, Corrensstraße 45,
48149 Münster, Deutschland

Aufgussgetränke wie Grün- und Schwarztee sowie Oolong genießen weltweite Popularität – nur Wasser wird global betrachtet mehr konsumiert. In aufgebrühtem grünem Tee vorkommende Flavonoide werden zahlreiche positive gesundheitliche Eigenschaften zugesprochen. In der Literatur sind für das im grünen Tee quantitativ abundanteste Flavonoid Epigallocatechin-3-gallat (EGCG) unter anderem chemopräventive und antikanzerogene Wirkungen sowie antioxidative Eigenschaften beschrieben [1, 2]. Eine Vielzahl der publizierten Eigenschaften basiert dabei auf Untersuchungen an in-vitro-Zellkulturmodellen [2]. Bislang wird die geringe Stabilität von EGCG unter Zellkulturbedingungen nicht bzw. nur wenig in der Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt. Insgesamt ist die Datenlage zum Beitrag von potentiellen Abbau- bzw. Reaktionsprodukten zu den zellulären Wirkungen von EGCG bislang als gering einzustufen. Des Weiteren wurden EGCG-Reaktionsprodukte wie die Dimere und Atropisomere Theasinensin A und D sowie das in der Literatur beschriebene Oxidationsprodukt „P2“ bereits in realen Lebensmittelproben, u. a. in verschiedenen schwarzen Tees und Oolong, nachgewiesen, was ihren zusätzlichen Beitrag zur humanen Exposition widerspiegelt. Der Fokus unserer Arbeiten liegt auf der Charakterisierung der Polyphenole und ihrer Abbauprodukte in Tees sowie in verschiedenen Puffer- und Zellkultursystemen, deren Stabilität sowie potentielle Möglichkeiten ihrer Stabilisierung. Die Charakterisierung erfolgt hierbei mittels HPLC-qTOF-MS und Tandem-Massenspektrometrie durch Abgleich mit Literaturdaten sowie HPLC-FLD [3].

Literaturverweise:

- [1] G.-J. Du et al., Nutrients. 2012, 4(11):1679-1691.
- [2] X. Song et al., Comb Chem High Throughput Screen. 2017, 20(10):872-885.
- [3] S. Sang et al., J Agric Food Chem. 2005, 53(24):9478-9484.



Doktorandenvortrag 23

Verwendung von dried urine spots zur Analytik von Mykotoxinen in Urin mittels HPLC-MS/MSJessica Schmidt, Benedikt Cramer, Hans-Ulrich HumpfInstitut für Lebensmittelchemie, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, Corrensstraße 45,
48149 Münster, Deutschland

Mykotoxine sind Sekundärmetaboliten von Schimmelpilzen, die Lebens- und Futtermitteln während der Herstellung, Verarbeitung und Lagerung kontaminieren können. Zur Abschätzung der Exposition gegenüber Mykotoxinen werden üblicherweise Daten zur Kontamination von Lebensmitteln mit Daten zum Konsumverhalten kombiniert. Um Informationen zur individuellen Exposition gegenüber Mykotoxinen zu erhalten, gewinnen Biomarker-basierte Methoden immer mehr an Bedeutung. Die quantitative Bestimmung von Mykotoxinen und deren Metaboliten in physiologischen Proben wie Blut oder Urin in relevanten Konzentrationsbereichen wird durch moderne flüssigchromatographische Methoden mit massenspektrometrischer Detektion ermöglicht. Häufig verwendete Methoden der Probenvorbereitung, wie z.B. Festphasenextraktion oder Immunoaffinitätsäulen, können die Sensitivität und Spezifität erhöhen, sind aber oft ungeeignet für einen hohen Probendurchsatz und können die strukturelle Vielfalt der Analyten nicht erfassen.

Zur simultanen Bestimmung strukturell unterschiedlicher Mykotoxine wurde eine Multi-Methode zur Analytik von Mykotoxinen in Urin unter Verwendung von dried urine spots (DUS) entwickelt. Nach enzymatischer Hydrolyse wird der Urin bei dieser Methode zunächst auf Filterpapier pipettiert, über Nacht getrocknet und anschließend extrahiert. Ein Aliquot des Extraktes wird für die weitere Analytik mittels Umkehrphasen-Hochleistungsflüssigchromatographie gekoppelt mit massenspektrometrischer Detektion im scheduled multiple reaction monitoring-Modus verwendet. Neben der vereinfachten Handhabung der getrockneten Urinproben liegt der Vorteil der entwickelten Methode im Vergleich zu einer simplen dilute-and-shoot-Methode vor allem in einer verbesserten Sensitivität.

Im Rahmen einer Validierung der Methode wurde die Leistungsfähigkeit der Methode evaluiert und die Stabilität der Analyten in den getrockneten Urinproben über einen Zeitraum von 28 Tagen bei verschiedenen Lagerungstemperaturen untersucht. Die entwickelte DUS-Methode wurde schließlich hinsichtlich ihrer Sensitivität und Genauigkeit mit einer etablierten dilute-and-shoot-Methode verglichen. Dazu wurden 91 Urinproben mit beiden Methoden analysiert. Es zeigte sich generell eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse aus beiden Methoden, wobei mit der DUS Methode auf Grund ihrer höheren Sensitivität in wesentlich mehr Proben Mykotoxine nachgewiesen bzw. quantifiziert werden konnten.



Doktorandenvortrag 24

Methodenentwicklung zum Profiling des Folatmetaboloms in Hefen

Lena Gmelch, Basem Kanawati, Michael Witting, Philippe Schmitt-Kopplin, Michael Rychlik

Lehrstuhl für Analytische Lebensmittelchemie, Technische Universität München,
Maximus-von-Imhof-Forum 2, 85354 Freising, Deutschland

Die Analytik von Vitameren der Folatgruppe ist von besonderer Bedeutung, da die Deutsche Gesellschaft für Ernährung (DGE) für diese Vitamine eine unzureichende Aufnahme annimmt. Für Erwachsene wird daher eine tägliche Aufnahme von 300 µg pro Tag empfohlen. Folate spielen eine wichtige Rolle in vielen Stoffwechselprozessen und sind unter anderem bei Methylierungsreaktionen, der Nukleotidsynthese sowie Oxidations- und Reduktionsvorgängen von C1-Einheiten zur Unterstützung der normalen Zellteilung beteiligt. Ein Folatmangel wird als Risikofaktor für verschiedene chronische Krankheiten wie Herz-Kreislauf-erkrankungen, die Alzheimersche Krankheit oder Demenz angesehen. Des Weiteren wird ein Defizit an Folatzufuhr während der Schwangerschaft für ein erhöhtes Risiko von Neuralrohrdefekten bei Neugeborenen verantwortlich gemacht.

Hefen sind bekannt für ihren hohen Folatgehalt. Bislang beschränkt sich die Analytik der Folate allerdings hauptsächlich auf die verschiedenen Monoglutamatformen. Hauptvitamere in Lebensmitteln sind aber Polyglutamate, die natürliche Speicher- und enzymatisch aktive Form von Folaten in Zellen. Bisher ist wenig bekannt über die Verteilung und Art der Polyglutamate in verschiedenen Lebensmitteln, da meist lediglich die Vitamerenverteilung nach Reduktion der polyglutamylierten Folate zu den entsprechenden Monoglutamatvitameren bestimmt wird.

Daher wurde ausgehend von der Analyse der Monoglutamate eine universellere Methode zur Analyse des Folatmetaboloms in Hefen im Kontext des Gesamtmetaboloms entwickelt. Dazu wurden verschiedene Extraktions- und Aufreinigungsmethoden miteinander verglichen. Semi-quantitative Richtigkeit im Vergleich zur standardmäßig verwendeten Methode sowie eine Extraktion aller erwarteten Vitamerformen waren Kriterien für die Auswahl der Alternativen. Zudem wurde versucht, die Extraktion zu optimieren, um Interkonversions- und Oxidationsreaktionen während der Probenaufarbeitung zu unterbinden. Die beste Alternative wurde schließlich verwendet, um hochauflösende Messungen von käuflich erworbener Bäckerhefe und kultivierter Brauhefe miteinander zu vergleichen. Durch Messung der Hefen mittels targeted Triple-Quadrupol-MS in Kombination mit untargeted (ultra-)hochauflösenden Messungen mittels FT-ICR-MS und Q-ToF-MS konnte der Folatmetabolismus in Hefen gut abgebildet werden. An Hand von Fragmentierungsmustern konnten bekannte Folatvitamere identifiziert werden. Davon ausgehend wurde nach bislang unbekannten Vitameren, deren Vorläufern und Abbauprodukten gesucht.

**Doktorandenvortrag 25****Automatisierte Mikroextraktionstechniken: Vergleich, Optimierung und Applikation in Lebensmittel- und Umweltanalytik**

Wiebke Kaziur-Cegla, Maik A. Jochmann, Torsten C. Schmidt

Instrumentelle Analytische Chemie, Universität Duisburg-Essen, Universitätsstraße 5,
45141 Essen, Deutschland

In jedem analytischen Prozess spielt die Probenvorbereitung eine essenzielle Rolle, da Fehler zu diesem Zeitpunkt das Ergebnis verfälschen, und nicht mehr ausgeglichen werden können. Abhilfe schaffen automatisierte Lösungen, unter Verwendung eines Autosamplers. Sie sorgen für eine bessere Reproduzierbarkeit der Probenvorbereitung und ermöglichen zusätzlich einen höheren Probendurchsatz. Der Gebrauch von automatisierten Lösungen verlangt nach kleineren Probenvolumina, wodurch häufig Anreicherungen notwendig werden, um niedrigere Nachweisgrenzen zu ermöglichen. Zusätzlich bieten die meisten Mikroextraktionstechniken die Selektion von Analyten und/oder trennen die Analyten von der Matrix ab, sodass die Kontaminationsgefahr der Geräte minimiert wird. Die prominentesten Beispiele von Mikroextraktionstechniken in der GC-MS Analytik sind Festphasenmikroextraktion (SPME), Stir-bar sorptive extraction (SBSE) und neuerdings auch In-tube extraction dynamic Headspace (ITEX-DHS) und SPME Arrow. Aufgrund der Vielfalt an Techniken und Applikationen fällt es manchmal schwer, die richtige Methode für die gewünschte Applikation zu finden. Hinzu kommen die unterschiedlichen Optimierungs- und Validierungsschritte, welche die Anwendung komplex wirken lassen [1, 2].

Um einen Überblick über die verschiedenen Mikroextraktionstechniken zu erhalten, werden die Unterschiede und Eigenschaften der Techniken in diesem Vortrag vorgestellt und verglichen. Optimierungsparameter werden anhand der ITEX-DHS Analyse von flüchtigen organischen Verbindungen (VOCs) für die Klassifizierung von extra nativen Olivenölen (EVOOs) vorgestellt. Diese spielen eine wichtige Rolle bei der Bestimmung der Herkunft und Authentizität von EVOOs, was von besonderem Interesse ist, da EVOOs besonders anfällig für Lebensmittelbetrug sind [3]. Die Optimierung von einer SPME Arrow Methode mit Hilfe einer statistischen Versuchsplanung (Design of Experiments) wird exemplarisch für Wasserproben vorgestellt.

- [1] Kremser et al., Analytical and Bioanalytical Chemistry 408 (2016) 943-52
- [2] Laaks et al., Analytical and Bioanalytical Chemistry 407 (2015) 6827
- [3] Pizarro et al., Journal of Chromatography A 1218 (2011) 518-523



Doktorandenvortrag 26

Detection of an invertebrate pan-allergen by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) using peptide biomarkers

Marion Fresch, Jens Brockmeyer

Institute of Biochemistry and Technical Biochemistry, Department of Food Chemistry,
Allmandring 5b, 70569 Stuttgart, Deutschland

Invertebrates contribute considerably to human nutrition and the world economy. Indeed, shellfish (crustaceans and molluscs) is a major element of our global aquatic food supply and the consumption of insects is a worldwide habit since millennia, even if it is less popular in the western countries.

Unfortunately, crustacean shellfish (e.g., crab, lobster and shrimps) is included in "the Big-8" food groups causing severe food allergy. In addition, clinical cross-reactivity is regularly reported with a sensitization extending to all arthropods (crustaceans, insects and arachnids) and sometimes also to some other invertebrates such as molluscs, producing a "panallergy", being difficult to predict. [1, 2]

Reliable detection and absolute quantification methods for allergen detection in complex food products are therefore urgently required in order to protect allergic consumers.

The most well-known pan-allergen of invertebrates is tropomyosin, a highly conserved, abundant, water-soluble and heat-stable muscle protein, whereas vertebrate tropomyosins appear to be nonallergenic. [3]

The objective of this study was therefore to identify conserved sequence regions in invertebrate tropomyosins that allow for the detection and quantification of this allergen using targeted proteomics. Using a bottom-up approach, tropomyosin representative proteolytic peptides were characterized in 65 different edible invertebrate species. The peptide biomarkers were identified by performing an untargeted survey experiment and by using protein databases, while their validation was achieved using targeted analysis.

Twelve tryptic peptides were finally retained and are hereby suited for detection or further quantification of tropomyosin in one sensitive method, their specificity allowing to distinguish crustaceans tropomyosin from that of insects or molluscs.

[1] Lopata A L, Kleine-Tebbe J and Kamath S D 2016 Allergo journal international 25 210–8

[2] Panzani R C and Ariano R 2001 Allergy 56 Suppl 69 1–22

[3] Reese G, Ayuso R and Lehrer S B 1999 International archives of allergy and immunology 119 247–58



Wahl der besten Vorträge

Nach Abschluss der letzten Session findet die Wahl der drei besten Vorträge statt. Dazu erhält jeder Teilnehmer einen Stimmzettel und bewertet seine drei Favoriten nach folgendem Punktesystem:

1. Platz → 3 Punkte

2. Platz → 2 Punkte

3. Platz → 1 Punkt

Nach Auszählung der Wahlzettel erfolgt die Preisverleihung. In diesem Jahr werden an die Gewinner Preise der Firma BGB Analytik AG, Restek und des Springer-Verlags überreicht:

1. Platz: Einkaufsgutschein der Firma BGB Analytik AG im Wert von 2.222 €

Einkaufsgutschein der Firma Restek im Wert von 1.500 €

Büchergutschein des Springer-Verlags im Wert von 200 €

2. Platz: Einkaufsgutschein der Firma BGB Analytik AG im Wert von 1.111 €

Einkaufsgutschein der Firma Restek im Wert von 1.000 €

Büchergutschein des Springer-Verlags im Wert von 125 €

3. Platz: Einkaufsgutschein der Firma Restek im Wert von 500 €

Büchergutschein des Springer-Verlags im Wert von 75 €



Abstracts der Posterpräsentationen

Wir danken nochmals den präsentierenden Doktoranden für die Zusendung ihrer Abstracts.

Für alle Teilnehmer besteht die Möglichkeit, sich auf den folgenden Seiten über die Inhalte der Poster näher zu informieren:



Poster 1

New methods for trace analysis of lignin and levoglucosan in speleothems from New Zealand by uHPLC-HRMSAnja Beschnitt, Thorsten Hoffmann

Johannes Gutenberg-Universität, Duesbergweg 10-14, 55128 Mainz, Germany

Speleothems are secondary mineral deposits found in caves. They grow continuously over 1,000-10,000 years and can be dated accurately up to 500,000 years using the $^{230}\text{Th}/\text{U}$ method, making them highly valuable climate archives. During their formation, organic matter, as well as inorganic trace elements are included. This project focused on establishing a novel trace analysis method for lignin and levoglucosan in speleothems, according to principles of "Green Chemistry" and to apply the method to samples of four flowstones from different caves in New Zealand for paleoclimate studies.

Lignin is the second most abundant biopolymer after cellulose. It consists of three monomers, which are included into the polymer in different ratios, depending on the type of vegetation. It is found in speleothems and quantification in timely consecutive layers allows drawing conclusions on changing types and amount of vegetations above the caves, which are influenced by climate conditions like temperature and rainfall. To analyse the monomeric composition, lignin has to be degraded by an alkaline oxidation. Thereby the monomers are oxidized into lignin oxidation products (LOP), which are analysed by uHPLC-ESI-HRMS. To date, lignin degradation was conducted using Cu(II)O as a catalyst, which was replaced by CuSO_4 , eliminating the solid, toxic CuO waste, and highly reducing the necessary amount of chemicals. This approach improved the sensitivity of the method, since the amount of artefacts during sample preparation is reduced, but also several principles of Green Chemistry were considered.

Another analyte of interest is levoglucosan, an anhydrosugar formed by cellulose combustion. For temperature studies in speleothems, the ^{14}C isotope is used, which is influenced by e.g. fire events. Therefore it is necessary to introduce a proxy, which prevents falsely positive temperature trends. Analysis of levoglucosan is highly challenging, because it is a polar, yet neutral compound present in an aqueous matrix. Extraction was conducted using graphitized carbon black SPE cartridges, and chromatographic separation by a HILIC approach, using a post-column flow to increase the ionization efficiency in the ESI source. Levoglucosan analysis was introduced into the existing analysis workflow, without interfering with the initial lignin analysis, and thereby a multi-proxy approach was developed, which was applied as proof-of-principle to samples from four different caves in New Zealand. Each of the investigated caves is located beneath different types of vegetation in different altitudes, corresponding to the lignin analysis results. Levoglucosan was only present in two of the study sites, not correlating to lignin.



Poster 2

Replacement for Radioactive Electron Capture Detectors (ECDs) in Gas Chromatography: ECDs with Non-Radioactive Electron Source

Erik Bunert, Cornelius Wendt, Birger Bernhold, Jan N. Woidtke, Merle Sehlmeier, Stefan Zimmermann

Leibniz Universität Hannover, Institut für Grundlagen der Elektrotechnik und Messtechnik, Appelstraße 9A, 30167 Hannover, Germany

Since the introduction of the Electron Capture Detector (ECD) by Lovelock and Lipsky more than 60 years ago, ECDs have become one of the most sensitive and thus most important detectors in gas chromatography for the detection of electron affine substances like halogens and chlorofluorocarbons [1-3]. Based on their operating principle, they require free electrons at atmospheric pressure. Therefore, typically a radioactive Ni-63 source initiates the generation of secondary electrons by ionizing the carrier gas such as helium or nitrogen. Now, the generated thermalized electrons can be captured by electron affine analyte molecules reducing the total amount of electrons, which otherwise reach the detector electrode inside the ECD. The charged analyte molecules are flushed out with the gas flow. However, the use of radioactive materials leads to regulatory restrictions regarding purchase, operation and disposal. Recently, we introduced a novel ECD based on a non-radioactive electron source, achieving comparable detection limits, e.g. 1 ppbv (6 ng/l) for 1,1,2-trichloroethane [4,5]. However, the linear range was still below that of radioactive ECDs. In addition, the detector volume was too large to be used as a GC detector. Therefore, we now present an improved version of this non-radioactive ECD. By using newly developed, autonomous control electronics enabling pulsed operation of the ECD, the linear range is significantly increased to $6.5 \cdot 10^3$ for 1,1,2-trichloroethane while the limit of detection for 1,1,2-trichloroethane is still excellent with 2 ppbv (12 ng/l) [6]. In addition, the detector volume is now reduced to 100 μ l, leading to faster response times, less memory effects and thus less peak broadening. Thus, the improved ECD with non-radioactive electron source can be used as an adequate replacement for commercially available radioactive ECDs as GC detector with comparable analytical performance.

- [1] Lovelock J. E., Lipsky S. R.: Electron Affinity Spectroscopy—A New Method for the Identification of Functional Groups in Chemical Compounds Separated by Gas Chromatography, J. Am. Chem. Soc. (1960), 82, 2, 431-433. DOI: 10.1021/ja01487a045
- [2] Maggs R. J., et al.: Electron capture detector. New mode of operation, Anal. Chem. (1971), 43, 14, 1966-1971. DOI: 10.1021/ac60308a014 (1971)
- [3] Wentworth W. E., et al.: Environmental Applications of the Pulsed-Discharge Electron-Capture Detector, J. Chrom. Sci. (2019), 30, 12, 478-485. DOI: 10.1093/chromsci/30.12.478
- [4] Bunert E., et al.: Electron capture detector based on a non-radioactive electron source: operating parameters vs. analytical performance, J. Sens. Sens. Syst. (2017), 6, 381-387. DOI: 10.5194/jsss-6-381-2017
- [5] Bunert E., et al.: Charakterisierung eines Elektroneneinfangdetektors mit nicht-radioaktiver Elektronenquelle, 13. Dresdner Sensor-Symposium (2017), 627-631. DOI: 10.5162/13dss2017/1.9
- [6] Bunert E., et al.: Non-radioactive electron capture detector for gas chromatography — A possible replacement for radioactive detectors, J. Chrom. A (2019), 1606, 460384. DOI: 10.1016/j.chroma.2019.460384.



Poster 3

LC-MS/MS analysis of Lipid A from gram-negative bacteria

Matti Froning, Heiko HayenUniversity of Münster, Institute of Inorganic and Analytical Chemistry, Corrensstraße 30,
48149 Münster, Germany

The lipopolysaccharide layer is a main component of the outer membrane from gram-negative bacteria. It consists of three regions: an O-polysaccharide, which extends outwards from the cell surface, an oligosaccharide core, and the membrane-anchored Lipid A moiety. Lipid A is the part that can be sensed by humans and animals to detect the presence of gram-negative bacteria in their tissues and plays a key role in the pathogenesis of bacterial infections.

Lipid A features a $\beta(1,6)$ -linked glucosamine backbone, having fatty acids substituted at the 2, 3, 2', and 3' positions and zero, one or two polar groups like phosphate groups linked to the 1 and 4' positions. The toxicity of Lipid A is strongly influenced by its primary structure, speaking of the number and length of the linked fatty acids, as well as the level of phosphorylation. A great degree of structural diversity is not only observed between distinct bacteria but also within individual species. These dynamic modifications help the bacteria to survive under various conditions, such as different temperatures or growing media compositions. Therefore, several Lipid A structures can be observed in a single organism. The environmental factors can be manipulated to engineer specific Lipid A molecules and use these for the development of therapeutics such as vaccine adjuvants.

In this work we present a new method to distinguish and characterize various Lipid A species originating from different gram-negative bacteria. Cells of *Escherichia coli* (*E. coli*), *Pseudomonas putida* (*P. putida*) and *Pseudomonas taiwanensis* (*P. taiwanensis*) have been extracted and analysed by LC-MS/MS. The Lipid A species were identified using high-resolution mass spectrometry and tandem-MS experiments.

Eight Lipid A species could be identified in the *E. coli* extract. They vary in their bound fatty acids and their degree of phosphorylation. Four of these structures were confirmed via MS/MS fragmentation. In *P. taiwanensis* 17 different Lipid A molecules have been detected, with ten of these also occurring in *P. putida*. 13 and six, respectively, of these structures were observed for the first time. Detailed structural elucidation by tandem-MS and confirmation of the bound fatty acids via GC-MS will be carried out in future research.



Poster 4

Continuous-Flow Chemistry and Analytical Instruments in Symbiosis: Application of 2D-LC Instruments as Two-Dimensional Reaction–Analysis Systems

Christian P. Haas[°], Stephan Buckenmaier*, Simon Biesenroth[°], Tom van de Goor*,
Ulrich Tallarek[°]

[°] Department of Chemistry, Philipps-Universität Marburg, Hans-Meerwein-Str. 4, 35032 Marburg, Germany.

* Agilent Technologies R&D and Marketing GmbH & Co. KG, Hewlett Packard-Strasse 8, 76337 Waldbronn, Germany.

Recently, chemical synthesis advances to a more data driven discipline by the implementation of continuous-flow techniques combined with inline and online analysis as well as data analytics. When HPLC instruments are used as flow chemistry platforms, the classical chromatographic separation process on a HPLC column is replaced by the continuous processing of a microreactor. Upon equilibration, this results in a temporally stable inline signal (steady state). For many chemical reaction systems, quantitative inline analysis (UV-Vis, IR, NMR, etc.) of a steady state remains a challenge since mixtures of substrates, products, side products, and additives like catalysts simultaneously pass the detector.

To overcome this issue, a classical HPLC system was online-coupled to this flow chemistry platform using a 2-position/6-port injection valve. With this two-dimensional reaction–analysis setup we already reported on reaction kinetic and mechanistic studies in the fields of heterogeneous catalysis and photochemistry. Here, we present the next level of 2D-reaction–analysis systems using Multiple Heart-Cutting (MHC) valves from Agilent Technology as interface. This allows to break the coupling between the time of sampling behind the reactor and the time of subsequent injection on the HPLC column for quantification. While for classical flow experiments a full steady-state equilibration is needed for each set of reaction parameters, the MHC valves enable the investigation of the reaction behavior in the transient region between two steady states through high-resolution sampling. Consequently, the amount of consumed reactants and solvents for reaction kinetics studies and parameter screenings are drastically reduced.

The potential of this setup is demonstrated on a [2+2] photodimerization of coumarin and 1-methyl-2-quinolinone with competing homo- and heterodimerization reactions. A reaction parameter screening of ~200 data points was performed in a fully-automated fashion. The results reveal insights in the plethora of simultaneously proceeding elementary steps of the photochemical reaction and allow the experimentalist to determine the optimized reaction conditions for the desired heterodimer.



Poster 5

Nutrient flow in a host-parasite system revealed by compound-specific stable isotope analysis of amino acids

Tobias Hesse, M. Nachev, Maik A. Jochmann, Torsten C. Schmidt

University Duisburg-Essen, Instrumental Analytical Chemistry, Universitätsstrasse 5,
45141 Essen, Germany

Parasitism represents one of the most frequent life forms on earth and studies suggest that parasites have a major effect on ecosystems as they can be involved in up to 75% of food web links [1]. However, researchers struggle to incorporate them into classical food web approaches due to their complex life stages and multiple hosts. Compound specific stable isotope analysis (CSIA) has been recently recognized as a useful tool to investigate host-parasites interactions because of its inherent ability to track the flow and origin of carbon throughout a food web [2]. In this study we applied CSIA of individual amino acids (AA) to three-spined sticklebacks (*Gasterosteus aculeatus*) which were experimentally infected with the tapeworm *Schistocephalus solidus* to shed light on the metabolic pathways which sustain the rapid growth of the parasite inside of the host's body cavity.

AA play a fundamental role in the metabolisms and nutrient transfer between species. They can be either synthesized *de novo* within an organism (non-essential AA) or must be taken up through diet (essential AA). The carbon isotopic signature of essential AA is therefore mostly retained throughout the food web as they are directly incorporated into the tissue of consumers, whereas non-essential AA can be built from scratch and therefore show high isotopic fractionation between species. This relationship has been used extensively for e.g. glutamic acid (non-essential AA) and phenylalanine (essential AA) to reconstruct paleodiets of humans, but not yet to investigate host-parasite relationships.

We use liquid-chromatography coupled to isotope ratio mass spectrometry (LC-IRMS) to separate individual AA and measure their carbon isotope signature [3]. The chromatographic separation in LC-IRMS can be challenging as the instrument requires the absence of any organic modifier or buffer in the mobile phase and peak width tends to be high. Samples include mosquito larvae (food source), muscle and liver tissue of sticklebacks and parasite tissue. In addition, non-infected sticklebacks were sampled to investigate the impact of parasites on the hosts feeding behavior.

[1] Dunne, J. A. (2013). "Parasites affect food web structure primarily through increased diversity and complexity." *PLoS Biol* 11(6): e1001579.

[2] Sabadel, A. J. M. (2019). "Stable-isotope analysis: a neglected tool for placing parasites in food webs." *J Helminthol* 93(1): 1-7.

[3] McCullagh, J. S. (2006). "Analysis of amino acid ^{13}C abundance from human and faunal bone collagen using liquid chromatography/isotope ratio mass spectrometry." *Rapid Commun Mass Spectrom* 20(18): 2761-2768.



Poster 6

Impurity Profiling of Synthetic Peptides by Two-Dimensional Liquid Chromatography

Ryan Karongo, Michael Lämmerhofer

Institute of Pharmaceutical Sciences, Pharmaceutical (Bio-)Analysis, Eberhard-Karls-University
Tübingen, 72076 Tübingen, Germany

In recent years, a huge market for Peptides used as Active Pharmaceutical Ingredients (API) has been emerging, where an ever-increasing percentage originates from synthesis. A major problem encountered during their synthesis is that, even by applying chromatography with high peak capacities, impurities which are created during the synthesis process might co-elute with the API due to structural similarities, and thus making them invisible for UV detection. Consequently, a void for quality control has co-evolved, which correspondingly has to be addressed. Therefore, validated analytical methods, preferably capable of detecting all impurities, are required and yet to be established. The state of the art is to use a reversed phase column for impurity profiling. Therefore, the aim of this work was to enhance an already existing generic peptide separation method (1D) with an additional second dimension (2D). The chosen phase chemistries, were reversed phase (C18) in both dimensions, but operated at different pH values in order to achieve complementarity and thus orthogonality of the 2D-LC system, contemporary aiming at the ampholytic nature of peptides. The variation of the mobile phase acidity and basicity successfully allowed the navigation of the retention behavior of the targeted analyte. In conclusion, these results show the successful employment of a 2D-LC method to resolve impurities, which possibly may pass undetected using a generic 1D-LC method.



Poster 7

Distinction of Isomeric Glycolipids in the Gas Phase by Cryogenic Infrared Spectroscopy

Carla Kirschbaum, Lisa Kain, Luc Teyton, Eike Mucha, Gert von Helden, Gerard Meijer, Kevin Pagel

Freie Universität Berlin, Arnimallee 22, 14195 Berlin, Germany

Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Faradayweg 4-6, 14195 Berlin, Germany

Glycolipids are glycoconjugates in which a lipid is linked to a carbohydrate via a glycosidic bond. Owing to their important roles in intercellular communication and recognition, glycolipids are indispensable for the development and function of multicellular organisms. A minute alteration in the glycolipid structure—such as merely the stereochemistry of a glycosidic bond—can be crucial for the biological functionality; however, the elucidation of glycolipid structures is inherently challenging due to the non-template-driven regio- and stereoselective synthesis of the carbohydrate and variations in length, unsaturation and hydroxylation of the lipid moiety. The modular biosynthesis of glycolipids generates many different and often isomeric combinations of glycans and lipids, which are by definition indistinguishable by mass spectrometry. To date, no standalone analytical technique can provide a comprehensive structure elucidation of complex glycolipids, and insufficient tools to distinguish isomers even lead to the falsification of research results.

Cryogenic gas-phase infrared (IR) spectroscopy in helium nanodroplets was recently demonstrated to be a powerful complement to existing analytical workflows for glycolipid analysis. In this technique, mass-to-charge selected glycolipid ions are captured in superfluid helium droplets and interrogated by a tunable IR free electron laser. Upon sequential absorption of multiple IR photons, the ion is released from the droplet and detected by mass spectrometry. The resulting IR spectra of the isolated ions at ultra-cold temperatures (0.37 K) obtained by plotting the ion count against the wave-number are highly resolved and can be compared with theoretical calculations.

Isomeric glycosphingo- and glyco glycerolipids were systematically investigated using cryogenic gas-phase IR spectroscopy to distinguish different kinds of isomers. The comprehensive sample sets allowed probing the influence of the glycan, the lipid and the configuration of the interconnecting glycosidic bond on the vibrational spectra. In the spectra of isomeric α - or β -glucosyl and galactosyl sphingolipids, characteristic absorption bands in the fingerprint region ($1000\text{--}1150\text{ cm}^{-1}$) allow to unambiguously distinguish both the monosaccharide and its anomeric configuration. The fingerprint region is still well-resolved in the case of a trisaccharide headgroup. Structural variations in the lipid moiety were investigated by comparing glycolipids bearing simple sphingoid bases, ceramides or diacylglycerols, which influence the spectral region above 1200 cm^{-1} . All investigated glycolipids yielded highly resolved and diagnostic IR spectra, which underpin the power of gas-phase IR spectroscopy for reliable identification of isomers. It is even envisageable to examine the composition of isomeric mixtures from biological sources by spectral deconvolution.



Poster 8

Gas and Liquid Chromatographic Techniques in Lithium Ion Battery Electrolyte Analysis - A Chromatographic Curriculum Vitae

Kristina Kösters, Steffen Fischer, Marco Leißing, Martin Winter, Sascha Nowak

University of Münster, MEET Battery Research Center, Institute of Physical Chemistry,
Corrensstraße 46, 48149 Münster, Germany

Nowadays, state-of-the-art lithium ion battery (LIB) electrolytes consist of a mixture of linear and cyclic organic carbonates as well as the conducting salt LiPF₆. However, due to chemical and thermal instability of LiPF₆, the electrolyte decomposes during operation and, in presence of trace amounts of water, an immense variety of gaseous, liquid and solid compounds are formed. The qualitative and quantitative analysis of LIB electrolyte decomposition products is not only relevant for understanding the aging mechanism but to estimate the potential toxic hazards.[1] Chromatographic systems are powerful techniques to investigate the liquid and gaseous aging products of the LIBs during their lifetime.

Directly after production of a cell, aging (calendaring, thermal and operational) begins, which diminishes the lifetime. GC is suitable to investigate undecomposed evaporable substances forming in the cell. The comparison between pristine and aged electrolyte offers the possibility to differentiate and classify decomposition products. The amount and kind of aging products change with the treatment of the cell especially during the first charge and discharge step (formation) a variety of different solid, liquid and gaseous products emerge. Various detector systems like MS, FID and BID can be coupled to GC for different requirements.[2]

During aging, inter alia, organo(fluoro)phosphates O(F)Ps are formed by the decomposition of the organic carbonates and the conducting salt. The O(F)Ps could have potential toxic effect mechanism, comparable the chemical warfare agents such as sarin, due to their structural similarities.[3] The knowledge of the concentration of the formed O(F)Ps is necessary for further investigations of the toxicology of these. For the separation and quantification, a RP-HPLC-ICP-MS method as well as a HILIC-ICP-MS method was successfully applied on aged LIB electrolyte.

Additionally, the lifetime of a LIB may also end abruptly. In case of fatal accidents, LIBs can undergo thermal runaway, which causes rapid decomposition of the electrolyte. This results in the formation of various gaseous compounds. Potentially dangerous single components and compositions may be released into the gas phase, i.e. flammable, explosive and/or toxic substances and mixtures.[4] Different GC-MS methods were applied to investigate the gaseous and residual liquid phases of electrolytes after severe thermal treatment.

[1] S. Nowak, M. Winter, J. Electrochem. Soc. 2015, 162, A2500–A2508.

[2] Y. P. Stenzel et al., Separations, 2019, 6, 26.

[3] F. M. Raushel, Nature 2011, 469, 310–311.

[4] C. L. Campion et al., Electrochem. Solid-State Lett. 2004, 7, A194-A197.



Poster 9

Analysis of mycotoxins in indoor samples using UHPLC-QTOF-MSViktoria Lindemann, Benedikt Cramer, Hans-Ulrich HumpfInstitute of Food Chemistry, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, Corrensstraße 45,
48149 Münster, Germany

Mould is ubiquitously spread in the environment and can contaminate not only food but also interiors. In indoor environments, a growth of mould takes place especially after water damages and is generally promoted by an increased room air humidity. In Germany, visible mould infestation occurs in almost every tenth flat. Due to the fact, that people in industrial countries spend an average of 80-90 % of their time in closed rooms, indoor environments can thus represent an important source of exposure to mould produced mycotoxins.

Mycotoxins are suspected of inducing diseases in humans in contaminated buildings. Nevertheless, a reliable quantification of indoor mycotoxin exposure is not yet possible. The aim of our investigations at the Institute of Food Chemistry of the Westfälische Wilhelms-Universität Münster is therefore the development of a universal screening method for the qualitative and quantitative detection of mycotoxins in house dust. The method used for this purpose is based on the separation of analytes by high-performance liquid chromatography in combination with detection by quadrupole time-of-flight mass spectrometry (UHPLC-QTOF-MS). In a second step, the mycotoxin contents determined in the dust samples are used for exposure assessment.

House dust from vacuum cleaners represents a good medium for the investigation of indoor contaminants and pollutants with moderate to low volatility and was therefore selected as sample material. Due to its complex matrix components however, house dust requires a selective sample preparation. Various methods such as solid phase extraction, QuEChERS as well as other methods are currently tested in regard to their potential of matrix removal and their suitability for the extraction of structurally and chemically diverse mycotoxins.



Poster 10

Development of a new GC-APCI ion source

Christian Lipok, Florian Uteschil, Oliver J. Schmitz

University Duisburg-Essen, Applied Analytical Chemistry, Universitätsstrasse 5, 45141 Essen, Germany

Gas chromatography (GC) has been used since the early 1950 and is a well-known technique in analytical chemistry. The technology was usually coupled to thermal conductivity cells and flame ionization detectors (FID). Around 1960, the GC was frequently coupled to mass spectrometers (MS). Today, GC-MS is used in routine analysis using electron impact (EI) as ionization method. Normally, EI is used with 70 eV and the generated mass spectra show a high degree of fragmentation. Therefore, many substances show poor sensitivities and the determination of the molecular mass of the molecule can be challenging or even impossible. To improve the sensitivity and selectivity of GC-MS, the chemical ionization detector (CI) was developed. CI was firstly used at elevated pressures however it was desired to operate chemical ionization at higher pressures to increase ionization yield. In 1973, Horning et al. introduced the chemical ionization at atmospheric pressure (APCI) technique. This soft ionization technique normally produces protonated molecular ions and hence, high sensitivity for a lot of substances is achieved. [1]

Due to missing databases and the lack of commercially available ion sources, APCI was not the first choice as ion source. This changed in 2006 when a GC-APCI ion source was reported and coupled to a commercial liquid chromatography (LC) mass spectrometer. Today, commercial APCI ion sources are available but some limitations must be addressed. The ion sources show bad reproducibility with standard deviations (RSD) often higher than 20 %. Therefore, this technology needs further improvement. [2]

To improve the potential of the APCI ion source technology we selected a new design for the ion source chamber, which is based on a published GC-APPI design from Kersten et al. [3]. The ion source was improved regarding sensitivity and repeatability. The column position, the make-up gas flow rate and its humidity was optimized. The make-up gas flow enhances the transportation of the analytes from the GC-transfer line exit port to the hexabore transfer capillary of the mass spectrometer. The new design improves the reproducibility of the APCI source and leads to relative standard deviation ≤ 2 % for various chemical compound classes commonly analyzed by GC. Furthermore, the new APCI ion source was applied on real samples. Different pesticide classes in coffee beans were determined with RSD values between 2 and 7 %.

[1] Dettmer-Wilde, K.; Engewald, W., Eds. Practical Gas Chromatography: A Comprehensive Reference; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, s.l., 2014.

[2] McEwen, Charles N.; McKay, Richard G. (2005): A combination atmospheric pressure LC/MS:GC/MS ion source: advantages of dual AP-LC/MS:GC/MS instrumentation. In: J Am Soc Mass Spectrom 16 (11), S. 1730-1738. DOI: 10.1016/j.jasms.2005.07.005.

[3] Kersten, H.; Kroll, K.; Haberer, K.; Brockmann, K.J.; Benter, T.; Peterson, A.; Makarov, A. Design Study of an Atmospheric Pressure Photoionization Interface for GC-MS. J Am Soc Mass Spectrom, 2016, 27, 607–614.



Poster 11

Phosphopeptide enrichment using ERLIC for pathway elucidation in the rice pathogen *Magnaporthe oryzae*Thomas Michna, Stefan Tenzer

Universitätsmedizin der Johannes Gutenberg-Universität, Institut für Immunologie - Core Facility für Massenspektrometrie, Langenbeckstraße 1, 55131 Mainz

[Research Question] One of the main future challenges for mankind is the supply of food for the growing world population, for which plant pathogens like the rice-blast fungus *Magnaporthe oryzae* are a major threat. Recently, it has been discovered that *M. oryzae* can rapidly develop stable mutants with altered osmoregulation strategies which may cause fungicide resistance [1]. For plant protection strategies, a good understanding of resistance mechanisms is of utmost importance. Using bottom-up phosphoproteomic analysis strategies, we will shed light on this phenomenon. The main objective of this project is the development of an unbiased, sensitive and quantitatively robust sample preparation strategy for Phosphoproteome analysis. Literature data suggests that Electrostatic Repulsion Hydrophilic Interaction Chromatography (ERLIC) for phosphopeptide enrichment might reduce some drawbacks of currently applied methods [2].

[Methods] An ERLIC enrichment protocol for tryptically digested phosphopeptides will be developed and evaluated in comparison with other enrichment sample preparation methods like TiO₂ or IMAC. The resulting ERLIC fractions will be analyzed using the Waters Synapt-G2 q-TOF in Data Dependent Acquisition mode. In later stage, we want to establish p-His enrichment protocols [3], for comprehensive understanding of the underlying osmoregulation mechanisms.

[1] Jacob, S., & Thines, E. (2017). Multistep phosphorelay in fungi: the enigma of multiple signals and a limited number of signaling pathways. *Mycological Progress*, 16(11–12), 1007–1013.

[2] Zarei, M., Sprenger, A., Metzger, F., Gretzmeier, C., & Dengjel, J. (2011). Comparison of ERLIC-TiO₂, HILIC-TiO₂, and SCX-TiO₂ for global phosphoproteomics approaches. *Journal of Proteome Research*, 10(8), 3474–3483.

[3] Potel, C. M., Lin, M.-H., Heck, A. J. R., & Lemeer, S. (2018). Widespread bacterial protein histidine phosphorylation revealed by mass spectrometry-based proteomics. *Nature Methods*, 15(3), 187–190.



Poster 12

A droplet interface for the coupling of chip-HPLC and ESI-MS detection

Andrea J. Peretzki, Detlev Belder

Universität Leipzig, Institut für Analytische Chemie, Linnéstraße 3, 04103 Leipzig, Germany

Miniaturized chemical systems offer the possibility of coupling complex laboratory processes and analytical systems in a very small space. Thus, powerful tools for investigating chemical and analytical questions are created, which additionally offer lower resource consumption, transportability, and precise process control. The use of microfluidic chips is of particular interest since various functionalities such as chemical syntheses, extractions, separations and detection methods can be combined seamlessly and without dead volume on a single platform.

Due to the miniaturization of HPLC up to chip chromatography, ever smaller amounts of substances in the nanolitre range can be separated and analyzed in the shortest possible time. For integrating further process steps, such as chemical reactions or detection methods, an effective strategy for preserving the fractionated analytes is required. This can be elegantly realized by system integration of chip-HPLC and droplet microfluidics on the same chip device. By the integration of a droplet generation unit right after the HPLC-column, fractionation of the eluate in a non-miscible continuous phase is achieved. This prevents diffusion and back-mixing of the separated analyte bands[1,2]. Droplets not only serve as ideal transport vessels but can also be used as microreactors with well-definable conditions, which can be further addressed and manipulated individually.

In order to be able to perform both separations and reactions within droplets on a single chip, a sensitive and universal real-time detection is required. Therefore we now introduce the first approach for coupling HPLC-Droplet-Chips with electrospray mass spectrometry. This was achieved by the monolithic integration of an electrospray emitter with an implemented platinum electrode for electrical contacting of the tip.

This work combines the advantages of several miniaturized systems on a single chip device, by seamlessly integrating HPLC and droplet microfluidics with ESI-MS. This opens up the possibility of screening analytes in a droplet-based assay with prior separation.

[1] R. F. Gerhardt, A. J. Peretzki, S. K. Piendl, D. Belder, Anal. Chem., 2017, 89, 13030–13037.

[2] A. J. Peretzki, D. Belder. J. Chromatogr. A, 2019, doi.org/10.1016/j.chroma.2019.460653



Poster 13

Characterizing oxidative stress by targeted LC-MS/MS based analysis of autoxidation products from polyunsaturated fatty acids

Katharina M. Rund, Jean-Marie Galano, Camille Oger, Thierry Durand, Julia Bornhorst, Nils Helge Schebb

Chair of Food Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, University of Wuppertal, Gaußstraße 20, 42119 Wuppertal, Germany

In mammals oxygenated metabolites from polyunsaturated fatty acids (PUFA), i.e. oxylipins, are formed in the arachidonic acid (ARA) cascade by three enzymatic pathways and autoxidation. While enzymatic conversion of PUFA results in stereoselective products, a vast number of structurally similar regio- and stereoisomers is formed by autoxidation.

During lipid peroxidation - among other products - a complex spectrum of stable prostaglandin-like isoprostanes (IsoP) and -furanes (IsoF) is formed. One class of IsoP, the F2-IsoP, are common biomarkers for oxidative stress in vivo.

Moreover, non-enzymatic peroxidation can give rise to epoxy-PUFA. Whereas enzymatic conversion of the naturally occurring all-cis PUFA by cytochrome P450 monooxygenases leads to cis-epoxy-PUFA (mixture of S,R- and S,R-enantiomers), during non-enzymatic chemical peroxidation formation of both cis- and trans-epoxy-PUFA (mixture of S,S and R,R enantiomers) is observed.

Keeping the tissue specific PUFA pattern in mind, the simultaneous analysis of a comprehensive set of autoxidation products from different PUFA is crucial for the evaluation of oxidative stress in vivo. For this purpose we developed an LC-ESI(-)-MS/MS method allowing the sensitive quantification of 27 IsoP and 8 IsoF as well as 17 cis-epoxy-PUFA and 17 tentatively identified trans-isomers derived from different biologically relevant n6- and n3-PUFA.

Chromatographic separation was performed on an RP-C18 column (2.1 x 150 mm, 1.8 µm) yielding narrow peaks with widths at half maximum of 3.3 to 4.2 sec. Mass-spectrometric detection was carried out on an triple quadrupol mass spectrometer in selected reaction monitoring mode allowing the selective detection of regioisomers in the sub-nanomolar range in biological samples. The method was integrated in an established targeted metabolomics platform for the detection of enzymatically formed oxylipins allowing the quantification of more than 150 oxylipins within 31.5 min (Rund et. al 2018 Anal Chim. Acta).

On the poster the method performance is presented and the method is applied to characterize oxidative stress in an in vivo model.



Poster 14

Non-target screening for trace compounds and identifying substances in e-liquids by GCxIMS

Alexander L. R. M. Surminski, N. Reichelt, Stefanie Sielemann

Hamm-Lippstadt University of Applied Sciences, Marker Allee 76-78, 59063 Hamm, Germany

Tobacco free electronic cigarettes have reached a worldwide popularity. The devices are operated with refill solutions based on a mixture of glycerol and propylene glycol with nicotine and flavoring substances, commonly known as e-liquids. These new products present an original challenge as quality control and authorities expect fast, simple and comprehensive analytical tools.

We have developed an application for the use of a thermal gradient gas chromatograph coupled ion mobility spectrometer with headspace sample introduction (HS-GCxIMS) to identify the used aroma active compounds. This allows a more efficient, simple and sensitive analysis compared to other technologies used in the field.

With the two dimensional separation by capillary GC and drift tube-IMS we created a database with 70 commonly found aroma active compounds from various classes of chemicals e.g. aldehydes, ketones and esters in the molecule mass range from 46 to 192 g/mol. This enables the identification of individual substances in analyzed e-liquids. However, unknown substances could only be characterized by mobility and retention time.

For the identification of these known unknowns, an in-parallel installed GC-MS was used to add characteristic mass fragmentation patterns. To correlate chromatographic events the retention times for the database substances were recorded by IMS and MS individually and directly correlated. However, when using a temperature gradient method, a non-linear dependence was found for substances with very high or low retention times.

To overcome this limitation a substance based retention index like Kovats' could be used. Since alkanes are immiscible with the analyzed matrix for HS-analysis and are ionized with low efficiency, the applied retention index was based on the retention times of ketones.

With this cross system correlation of an IMS and a MS run, we were able to identify most substances in an assortment of e-liquids, including coeluting substances and analyte concentrations below the MS-scan limit of detection (LOD), which would not have been possible without the high detection capabilities of the IMS.

In future work we will combine the identification capabilities with quantification for the refill solutions and introduce condensed gas phase analysis for vaping applications.



Poster 15

Post-ionization separation of enantiomers after chiral derivatization using trapped ion mobility-mass spectrometryJonas M. Will, Arne Behrens, Marcel Macke, Uwe KarstUniversity of Münster, Institute of Inorganic and Analytical Chemistry, Corrensstraße 28/30,
48149 Münster, Germany

In living systems, the chirality of compounds is often linked to biochemical structure-activity relationships. Chiral drugs, for example penicillamine, can sometimes show remarkable differences in effect of their biological activity. While D-penicillamine can be used for the treatment of Wilson's disease, the L-enantiomer is highly toxic due to pyridoxine antagonism.[1] Another example is the role of D-amino acids in organisms, which was underestimated for decades, while L-amino acids were commonly known to be the building blocks of life. However, recent studies on D-amino acids revealed specific biological functions and also indicated that abnormal D-amino acid levels, for example in the brain, can be linked to several diseases such as epilepsy or Alzheimer's disease.[2]

The development of novel separation techniques for chiral analysis is therefore an attractive field in the life sciences, especially for clinical research and the pharmaceutical and food industry.

In this study, amino acids were used as chiral model compounds of high relevance as they are involved in many biological processes and form a structural basis for many drugs. First, the amino acids enantiomers were derivatized using a chiral derivatization agent. A fast chromatographic separation was then used to preseparate the formed diastereomers from the excess of derivatization agent and to subsequently introduce the analytes into the electrospray interface of a trapped ion mobility-mass spectrometer.

The application of chiral acyl chlorides, for example (S)-naproxen chloride, as derivatization agents under optimized reaction conditions proved to be most efficient concerning reactivity and thus overall conversion and speed. Using a strong cation-exchange column in ion-exclusion mode enabled a fast preseparation and thus prevented ion suppression effects in the electrospray interface. After ionization, a fast separation based on different gas-phase mobilities of the diastereomers could be achieved for most of the tested amino acids. Quantitative information on the enantiomeric ratio could be obtained by peak area determination of the resulting mobilograms. Overall, the combination of a fast derivatization method with rapid chromatographic preseparation and ion mobility-based gas-phase separation enabled chiral analysis of amino acids in a very short time of only a few minutes. Additionally, the detection of diastereomers was possible down to the nanomolar range.

[1] Williams, K. M. Enantiomers in Arthritic Disorders. *Pharmac. Ther.* 1990, 46, 273-295.

[2] Genchi, G. An overview on D-amino acids. *Amino acids* 2017, 49, 1521-1533.



Poster 16

Environmental fate of glyphosate analyzed by CE-MS

Benedikt Wimmer, Carolin Huhn

Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Eberhard Karls Universität Tübingen,
Auf der Morgenstelle 18, 72076 Tübingen, Germany

Almost 800 000 tons of glyphosate, an effective broad band herbicide with fair biodegradability and low mobility in soils, were applied in 2014 worldwide. Due to its extreme physicochemical properties, such as low pKa values, strong complexing ability, and sorption onto oxidic minerals, it cannot be analyzed by standard multi residue methods. Thus, glyphosate monitoring in environmental samples is scarce, although it is the most commonly used herbicide worldwide. Mostly, LC-MS analysis is used after derivatization. However, complex formation with multivalent cations and working at pH other than 9 may dramatically impair derivatization efficiency.

We have developed a derivatization free and highly matrix tolerant CE-MS method for the analysis of glyphosate and its degradation product aminomethylphosphonic acid (AMPA) in a large variety of environmental samples and foodstuff with an LOD of < 30 µg/kg and 50 µg/kg, respectively. With an optimized extraction procedure for soil and sediment samples, we were able to achieve recoveries in the range of 80–110 %; matrix influences were reduced by precipitation of a) multivalent cations as phosphate salts, and b) humic acids by acidification of the extract solution. The overall methodology presented in this study, shows strong advantages with regard to simplicity of extraction, sample preparation, analysis, and costs.

Today, the environmental fate of glyphosate is not fully understood: Once applied, it readily sorbs onto oxidic soil minerals. However, the strong sorption 1) limits glyphosate bioavailability and 2) enables particle facilitated transport into other milieus:

1) We were able to follow glyphosate degradation and AMPA formation/degradation in batch experiments, and observed a strong correlation between glyphosate sorption and its bioavailability and thus degradation rate.

2) Bound to especially the fine oxidic and clay mineral fraction, particle-facilitated transport seems to be the most probable transport mechanism of glyphosate in the environment: In a field experiment, we tracked isotopically labeled glyphosate and AMPA percolation and degradation; both analytes can make their way through root channels, wormholes, and shrinkage cracks into deeper soil layers (> 40 cm depth) with changing soil properties (e.g. redox state, microbial community, organic content).

Through surface runoff, glyphosate is transported with the fine mineral fraction into the aquatic ecosystem and accumulates in sediments: we were able to detect the analytes in sediments of ditches/streams around Tübingen, but also in different sediment depths in an urban lake, probably dating back to the 1980ies.



Wahl der besten Poster

Nach Abschluss der Postersession findet die Wahl der drei besten Poster statt. Dazu erhält jeder Vortragende Doktorand einen Stimmzettel und bewertet seine drei Favoriten nach folgendem Punktesystem:

1. Platz → 3 Punkte

2. Platz → 2 Punkte

3. Platz → 1 Punkt

Nach Auszählung der Wahlzettel erfolgt die Preisverleihung. An die Gewinner werden Preise der Firma Thermo Fisher Scientific überreicht:

1. Platz: Geldpreis 600 €

2. Platz: Geldpreis 400 €

3. Platz: Geldpreis 200 €



Teilnehmerliste

Alfke, Julian
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 45
48149 Münster
julian.alfke@uni-muenster.de

Alhasbani, Maha
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
maha.alhasbani@stud.uni-due.de

Allers, Maria
Leibniz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
allers@geml.uni-hannover.de

Banet, Michel
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
72076 Tübingen
michel-jan.banet@student.uni-tuebingen.de

Barthelmes, Janosch
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
janosch.barthelmes@uni-due.de

Behrens, Arne
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
a_behr10@uni-muenster.de

Belder, Prof. Dr. Detlev
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
belder@uni-leipzig.de

Bergmann, Dr. Anne-Kathrin
Merck KGaA
Frankfurter Straße 250
64293 Darmstadt
anne-
kathrin.bergmann@merckgroup.com

Beschnitt, Anja
Johannes Gutenberg-Universität Mainz
Duesbergweg 10-14
55128 Mainz
anja.beschnitt@uni-mainz.de

Bischoff, Oliver
Bischoff Analysentechnik und -geräte
GmbH
Böblinger Straße 23
71229 Leonberg
weintritt@bischoff-chrom.de

Bohnhorst, Alexander
Leibniz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
bohnhorst@geml.uni-hannover.de

Böttinger, Katharina
Universität Salzburg
Hellbrunner Straße 34
5020 Salzburg
katharina.boettinger@sbg.ac.at

Brecht, Dominik
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
dominik.brecht@uni-due.de

Brockmeyer, Prof. Dr. Jens
Universität Stuttgart
Almandring 5b
70569 Stuttgart
jens.brockmeyer@lc.uni-stuttgart.de



Brungs, Corinna
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
corinna.brungs@uni-muenster.de

Do, Xuan Tung
Hochschule Bonn-Rhein-Sieg
Von-Liebig-Straße 20
53359 Rheinbach
Xuan-Tung.Do@h-brs.de

Bücker, Patrick
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
p_buec02@uni-muenster.de

Ebert, Katharina
Institut der Ruhr-Universität Bochum (IPA)
Bürkle-de-la-Camp-Platz 1
44789 Bochum
ebert@ipa-dguv.de

Bunert, Dipl. Ing. Erik
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
bunert@geml.uni-hannover.de

Elinkmann, Matthias
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
m.elin@uni-muenster.de

Chang, Rayoon
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
rayoonchang@zedat.fu-berlin.de

Engelhardt, Prof. Dr. Heinz
Universität des Saarlandes
Campus, Fachrichtung 8.1, Geb. B2.2
66123 Saarbrücken
engelhardt.sb@t-online.de

Danisan, Yildiz
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
yildiz.danisan@uni-due.de

Engewald, Prof. Dr. Werner
Universität Leipzig
Linnéstraße 3
04103 Leipzig
engewald@uni-leipzig.de

Das, Anish
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
anish.das@uni-leipzig.de

Falk, Christian
MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Neumann-Neander-Str. 6-8
52355 Düren
cfalk@mn-net.com

Dettmer-Wilde, PD Dr. Katja
Universität Regensburg
Am BioPark 9
93053 Regensburg
katja.dettmer@ukr.de

Fangmeyer, Jens
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
j_fang01@uni-muenster.de



Feyerabend, Dr. Martin
SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH
Im Maisel 14
65232 Taunusstein
martin.feyerabend@sgs.com

Fischer, Steffen
Universität Münster, MEET
Batterieforschungszentrum
Corrensstraße 46
48149 Münster
steffen.fischer@uni-muenster.de

Fresch, Marion
Universität Stuttgart
Allmandring 5b
70569 Stuttgart
marion.fresch@lc.uni-stuttgart.de

Froning, Matti
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
matti.froning@uni-muenster.de

Funke, Sabrina
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
sabrina.funke@uni-muenster.de

Gamache, Dr. Paul
Thermo Fisher Scientific
22 Alpha Rd
Chelmsford, MA 01824, USA
paul.gamache@thermofisher.com

Geibel, Christian
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 8
72076 Tübingen
christian.geibel@uni-tuebingen.de

Gerhardt, Dr. Renata
BASF SE Kompetenzzentrum Analytik
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein
renata.gerhardt@basf.com

Gey, Prof. Dr. Manfred
Hochschule Zittau/Görlitz
Marschnerstrasse 22
02763 Zittau
papa-gey@gmx.de

Gmelch, Lena
Technische Universität München
Maximus-von-Imhof-Forum 2
85354 Freising
lena.gmelch@tum.de

Görs, Paul
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
PaulGoers@web.de

Grabarics, Marko
Freie Universität Berlin
Animallee 22
14195 Berlin
grabarics@zedat.fu-berlin.de

Graf, Hannes
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
72076 Tübingen
hannes.graf@uni-tuebingen.de

Greis, Kim
Freie Universität Berlin
Animallee 22
14195 Berlin
greiskim@fhi-berlin.mpg.de



Grimmig, Roman
Hochschule Bonn-Rhein-Sieg
Von-Liebig-Straße 20
53359 Rheinbach
roman.grimmig@h-brs.de

Heilighenthal, Laura
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
laura_katharina.heilighenthal@uni-leipzig.de

Haas, Christian
Philipps-Universität Marburg
Hans-Meerwein-Str. 4
35032 Marburg
haasc@staff.uni-marburg.de

Helmer, Patrick Olaf
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
patrick.helmer@uni-muenster.de

Hagenhoff, Dr. Sebastian
Dow Deutschland Anlagengesellschaft
mbH
Buetzflethersand
21677 Stade
shagenhoff@dow.com

Henschel, Jonas
Universität Münster, MEET
Batterieforschungszentrum
Corrensstraße 46
48149 Münster
jonas.henschel@uni-muenster.de

Hanf, Lenard
Universität Münster, MEET
Batterieforschungszentrum
Corrensstraße 46
48149 Münster
lenard.hanf@uni-muenster.de

Herl, Thomas
Universität Regensburg
Universitätsstr. 31
93053 Regensburg
thomas.herl@chemie.uni-regensburg.de

Hartner, Nora
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
nora.hartner@uni-leipzig.de

Hesse, Tobias
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
tobias.hesse@uni-due.de

Hasan, Sadat
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
hasan.sadat@uni-leipzig.de

Hoffmann, Dr. Waldemar
BASF SE
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein
waldemar.hoffmann@basf.com

Hayen, Prof. Dr. Heiko
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
heiko.hayen@uni-muenster.de

Homann, Julia
Johannes Gutenberg-Universität Mainz
Duesbergweg 10-14
55128 Mainz
juhomann@uni-mainz.de



Huber, Prof. Dr. Christian
Universität Salzburg
Hellbrunner Straße 34
5020 Salzburg
c.huber@sbg.ac.at

Kirk, Ansgar
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
kirk@geml.uni-hannover.de

Huhn, Prof. Dr. Carolin
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
72076 Tübingen
carolin.huhn@uni-tuebingen.de

Kirschbaum, Carla
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
kirschbaum@zedat.fu-berlin.de

Hupperich, Katharina
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
katharina.hupperich@uni-due.de

Klink, Daniela
Johannes Gutenberg-Universität Mainz
Duesbergweg 10-14
55128 Mainz
daniela.klink@uni-mainz.de

Jaag, Simon
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 8
72076 Tübingen
simon.jaag@uni-tuebingen.de

Köhler, Timo
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
timo.koehler@uni-due.de

Karongo, Ryan
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 8
72076 Tübingen
ryan.karongo@uni-tuebingen.de

Korf, Ansgar
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
ansgar.korf@uni-muenster.de

Karst, Prof. Dr. Uwe
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
uk@uni-muenster.de

Korzhenko, Oxana
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
oxana.korzhenko@uni-muenster.de

Kaziur-Cegla, Wiebke
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
wiebke.kaziur@uni-due.de

Kösters, Kristina
Universität Münster, MEET
Batterieforschungszentrum
Corrensstraße 46
48149 Münster
kristina.koesters@uni-muenster.de



Krait, Sulaiman
Friedrich-Schiller-Universität Jena,
Pharmazeutische/Medizinische Chemie
Philosophenweg 14
07743 Jena
sulaiman.krait@uni-jena.de

Lämmerhofer, Prof. Dr. Michael
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 8
72076 Tübingen
michael.laemmerhofer@uni-tuebingen.de

Lamotte, Dr. Stefan
BASF SE
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein
stefan.lamotte@basf.com

Leißing, Marco
Universität Münster, MEET
Batterieforschungszentrum
Corrensstraße 46
48149 Münster
marco.leissing@uni-muenster.de

Lettow, Maike
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
maikelettow@zedat.fu-berlin.de

Lindemann, Viktoria
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corrensstraße 45
48149 Münster
viktorija.lindemann@uni-muenster.de

Lipok, Christian
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
christian.lipok@uni-due.de

Lipphardt, Anna
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
a_lipp05@uni-muenster.de

Lippmann, Martin
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
lippmann@geml.uni-hannover.de

Lutze, Dr. Holger
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
holger.lutze@uni-due.de

Macke, Marcel
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
m.macke@uni-muenster.de

Mainka, Malwina
Bergische Universität Wuppertal
Gaußstraße 20
42119 Wuppertal
mainka@uni-wuppertal.de

Manz, Christian
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
christian.manz@fu-berlin.de

Matysik, Prof. Frank-Michael
Universität Regensburg
Universitätsstr. 31
93053 Regensburg
frank-michael.matysik@chemie.uni-r.de



Meckelmann, Dr. Sven
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
sven.meckelmann@uni-due.de

Merkus, Valentina
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
Valentina.merkus@stud.uni-due.de

Meyer, Martin
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
martin.meyer@uni-due.de

Michel, Dr. Frank
Sigma-Aldrich Chemie GmbH / Merck-Gruppe
Eschenstr. 5
82024 Taufkirchen
frank.michel@merckgroup.com

Michna, Thomas
Universitätsmedizin der JGU Mainz
Langenbeckstr. 1
55131 Mainz
thmichna@uni-mainz.de

Murr, Sophia
Universität Stuttgart
Allmandring 5b
70569 Stuttgart
sophia.murr@lc.uni-stuttgart.de

Müssig, Kurt
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
kurt.muessig@uni-leipzig.de

Mutke, Xenia
Universität Duisburg-Essen
Minu
45141 Essen
xenia.mutke@uni-due.de

Naumann, Lukas
Hochschule Aalen
Beethovenstraße 1
73430 Aalen
lukas.naumann@hs-aalen.de

Nehring, Alexandra
Institut der Ruhr-Universität Bochum (IPA)
Bürkle-de-la-Camp-Platz 1
44789 Bochum
nehring@ipa-dguv.de

Neu, Dr. Volker
BASF SE
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein
volker.a.neu@basf.com

Neusüß, Prof. Christian
Hochschule Aalen
Beethovenstraße 1
73430 Aalen
christian.neusuess@hs-aalen.de

Nordhorn, Ilona
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
ilona.nordhorn@uni-muenster.de

Osorio, Dr. Xochitl
Dow Deutschland Anlagengesellschaft
mbH
Buetzflethersand
21677 Stade
xosoriobarajas@dow.com



Pagel, Prof. Dr. Kevin
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
kevin.pagel@fu-berlin.de

Purschke, Kirsten
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
kirsten.purschke@currenta.de

Papadopoulos, Kathrin
Institut der Ruhr-Universität Bochum (IPA)
Bürkle-de-la-Camp-Platz 1
44789 Bochum
papadopoulos@ipa-dguv.de

Raddatz, Christian-Robert
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
raddatz@geml.uni-hannover.de

Peretzki, Andrea
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
andrea.peretzki@uni-leipzig.de

Rentmeister, Kristina
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
kristina.rentmeister@uni-due.de

Piendl, Sebastian
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
sebastian.piendl@uni-leipzig.de

Richert, Dr. Joachim
BASF SE
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein
joachim.richert@basf.com

Pöge, Swantje
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
swanygalaxy@gmail.com

Ringbeck, Benedikt
Institut der Ruhr-Universität Bochum (IPA)
Bürkle-de-la-Camp-Platz 1
44789 Bochum
ringbeck@ipa-dguv.de

Polack, Matthias
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
matthias.polack@uni-leipzig.de

Römer, Jennifer
Hochschule Aalen
Beethovenstraße 1
73430 Aalen
jennifer.roemer@hs-aalen.de

Polewski, Lukasz
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
polewski@fhi-berlin.mpg.de

Rösch, Tobias
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
72076 Tübingen
tobias.roesch@uni-tuebingen.de



Rudisch, Benjamin
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
72076 Tübingen
benjamin.rudisch@uni-tuebingen.de

Schirmer, Martin
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
martin.schirmer@ufz.de

Ruehl, Dr. Martin
Thermo Fisher Scientific
Domierstraße 4
82110 Germering
martin.ruehl@thermofisher.com

Schlatt, Lukas
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
l_schl21@uni-muenster.de

Rund, Katharina
Bergische Universität Wuppertal
Gaußstraße 20
42119 Wuppertal
katharina.rund@schebb-web.de

Schlecht, Johannes
Hochschule Aalen
Beethovenstraße 1
73430 Aalen
johannes.schlecht@hs-aalen.de

Saar, Dr. Jochen
GRACE GmbH Refining Technologies
In der Hollerhecke 1
67547 Worms
jochen.saar@grace.com

Schmid, Robin
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
robinschmid@uni-muenster.de

Schlatt, Lukas
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corrensstraße 28/30
48149 Münster
l_schl21@uni-muenster.de

Schmidt, Prof. Dr. Torsten
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
torsten.schmidt@uni-due.de

Schäfer, Christoph
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
schaefer@geml.uni-hannover.de

Schmidt, Jessica
Westfälische Wilhelms-Universität
Münster
Corensstraße 45
48149 Münster
j_schm63@uni-muenster.de

Schebb, Prof. Dr. Nils Helge
Bergische Universität Wuppertal
Gaußstraße 20
42119 Wuppertal
schebb@uni-wuppertal.de

Schmitz, Prof. Dr. Oliver
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
oliver.schmitz@uni-due.de



Scholz, Karen
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
ka.scholz@uni-muenster.de

Sulkowski, Dr. Martin
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
martin.sulkowski@uni-due.de

Schöttler, Hannah
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
hannah.schoettler@uni-muenster.de

Sun, Xueni
Universität Regensburg
Am BioPark 9
93053 Regensburg
xueni.sun@ukr.de

Scriba, Prof. Dr. Gerhard
Friedrich-Schiller-Universität Jena,
Pharmazeutische/Medizinische Chemie
Philosophenweg 14
07743 Jena
gerhard.scriba@uni-jena.de

Surminski, Alexander L. R. M.
Hochschule Hamm-Lippstadt
Marker Allee 76-78
59063 Hamm
alexander.surminski@hshl.de

Skadell, Mirjam
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
mirjam.skadell@uni-leipzig.de

Szekeres, Gergo Peter
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
gergo.peter.szekeres@fhi-berlin.mpg.de

Sommer, Karolin
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
karolin.sommer@uni-muenster.de

Telgheder, PD Dr. Ursula
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
ursula.telgheder@uni-due.de

Steiner, Dr. Frank
Thermo Fisher Scientific
Dornierstraße 4
82110 Germering
frank.steiner@thermofisher.com

Terhalle, Jens
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
jens.terhalle@uni-due.de

Stolz, Alexander
Hochschule Aalen
Beethovenstraße 1
73430 Aalen
alexander.stolz@hs-aalen.de

Thoben, Christian
Leibniz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
thoben@geml.uni-hannover.de



Unger, Prof. Dr. Ing. em. Klaus
Johannes Gutenberg-Universität Mainz
Am Alten Berg 70
64342 Seeheim
k.k.unger@web.de

van de Goor, Prof.Dr.Ir. Tom
Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn
tom_vandegoor@agilent.com

Vielhaber, Dr. Torsten
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
torsten.vielhaber@uni-muenster.de

Vogel, Dr. Martin
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
martin.vogel@uni-muenster.de

von Bremen-Kühne, Maximilian
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
ms.vbk@uni-muenster.de

Wagener, Felicitas
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
f_wage04@uni-muenster.de

Warias, Rico
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
rico.warias@uni-leipzig.de

Weise, Chris
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
chris.weise@uni-leipzig.de

Weiss, Dr. Joachim
Thermo Fisher Scientific GmbH
Im Steingrund 4-6
63303 Dreieich
joachim.weiss@thermofisher.com

Wendt, Cornelius
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
wendt@geml.uni-hannover.de

Westphal, Hannes
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
westphalhannes@gmail.com

Weyer, Christian
Restek GmbH
Schaberweg 23
61348 Bad Homburg v. d. Höhe
christian.weyer@restekgmbh.de

Wienken, Carina
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 30
48149 Münster
carina.wienken@uni-muenster.de

Will, Jonas
Westfälische Wilhelms-Universität Münster
Corensstraße 28/30
48149 Münster
jonas.will@uni-muenster.de

Wimmer, Benedikt
Eberhard Karls Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
72076 Tübingen
benedikt.wimmer@uni-tuebingen.de

Wink, Konstantin
Universität Leipzig
Linnéstr. 3
04103 Leipzig
konstantin.wink@uni-leipzig.de



Wirtz, Prof. Dr. Michaela
Hochschule Bonn-Rhein-Sieg
von-Liebig-Str. 20
53359 Rheinbach
michaela.wirtz@h-brs.de

Wirzberger, Vanessa
Universität Duisburg-Essen
Universitätsstraße 5
45141 Essen
vanessa.wirzberger@uni-due.de

Witting, Dr. Michael
Helmholtz Zentrum München
Ingolstädter Landstraße 1
85764 Neuherberg
michael.witting@helmholtz-muenchen.de

Wollseifen, Dr. Hans Rainer
MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Neumann-Neander-Str. 6-8
52355 Düren
hwollseifen@mn-net.com

Zappe, Dr. Andreas
Freie Universität Berlin
Arnimallee 22
14195 Berlin
a.zappe@fu-berlin.de

Zimmermann, Prof. Dr. Stefan
Leibnitz Universität Hannover, Fachgebiet
Sensorik und Messtechnik
Appelstraße 9A
30167 Hannover
zimmermann@geml.uni-hannover.de