

# APPLICATION NOTE

## Pharmazeutika – TG 209 F1 Libra® -GC-MS

### TG-GC-MS-Messungen an Acetylsalicylsäure (ASS)

Sonja Eichholz



#### Messparameter

TG 209 F1 Libra® - GC-MS

#### TG-Parameter:

RT bis 500 °C  
10 K/min  
50 ml/min N<sub>2</sub>  
Probenmasse: 1,71 mg  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegel

#### GC-Parameter:

quasi kontinuierlich  
GC-Ofen: 250 °C  
Split: 10:1  
Säule: HP 5 ms, 30 m  
Ventilschaltung: 30 sec

1 TG 209 F1 Libra® mit GC-MS-Kopplung

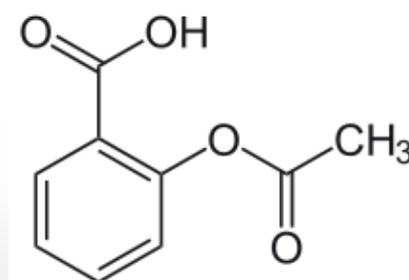
#### Einleitung

ASS ist eins der meist verwendeten nicht opioiden Analgetika. Durch die Veresterung der phenolischen Hydroxylgruppe der Salicylsäure mit Essigsäure erreicht man nicht nur eine bessere lokale Verträglichkeit, sondern auch eine stärkere antipyretische, antiphlogistische und insbesondere thrombozytenaggregationshemmende Wirkung [1].

Der Trivialname ist 2-Acetoxybenzoesäure. Es bildet weiße, nadelförmige Kristalle, die schwach nach Essigsäure riechen. ASS wird durch die Kolbe-Schmitt-Synthese hergestellt. Hierbei handelt es sich um eine elektrophile aromatische Substitution [2].

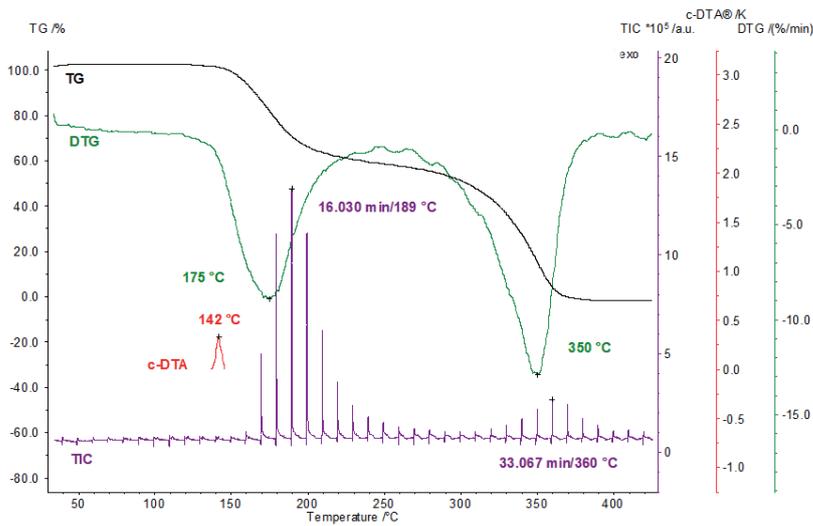
[1] Mutschler, Arzneimittelwirkungen

[2] Laue, Reaktionsmechanismen



2 Strukturformel von Acetylsalicylsäure

## APPLICATIONNOTE TG-GC-MS-Messungen an Acetylsalicylsäure (ASS)



3 TG-Ergebnisse (schwarz), DTG-Ergebnisse (grün), c-DTA-Signal (rot) und Totalionenchromatogramm der ASS-Messung (violett)

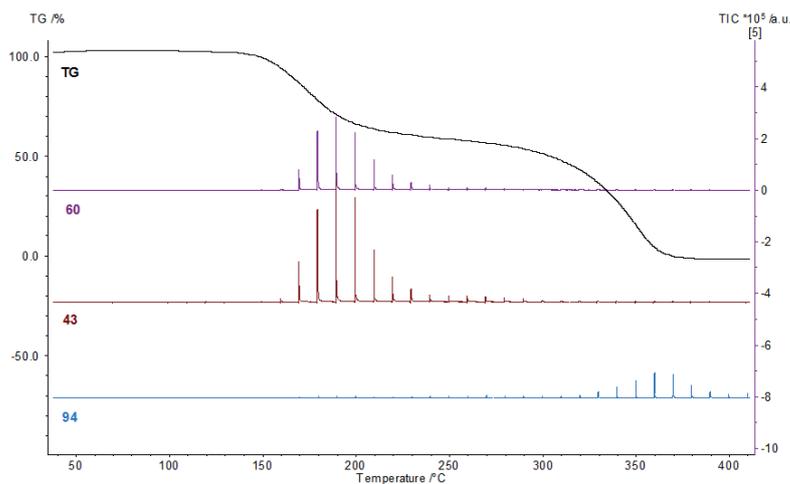
### Messergebnisse

Die simultane Kopplung zwischen Thermogravimetrie (TG) und GC-MS (Gaschromatografie und Massenspektrometrie) ermöglicht die einfache Analyse des thermischen Verhaltens und der Zersetzungsprodukte.

Das Schmelzen der ASS kann bei 142 °C mittels c-DTA<sup>®</sup> detektiert werden. ASS zersetzt sich 2-stufig (DTG-Minima bei 175 °C und 350 °C). Das Totalionenchromatogramm gibt die

gesamtmessenen Spektren in Abhängigkeit von der Temperatur wieder. Hier erkennt man deutlich, korrespondierend zur DTG, zwei Maxima.

Der ersten TG-Stufe kann die Entstehung von Essigsäure (Massenzahlen 43 und 60, Abb. 4), der zweiten Stufe Phenol (Massenzahl 94) als Zersetzungsprodukt zugeordnet werden.



4 TG-Ergebnisse (schwarz) und Totalionenchromatogramme der Massenzahlen 43, 60 und 94