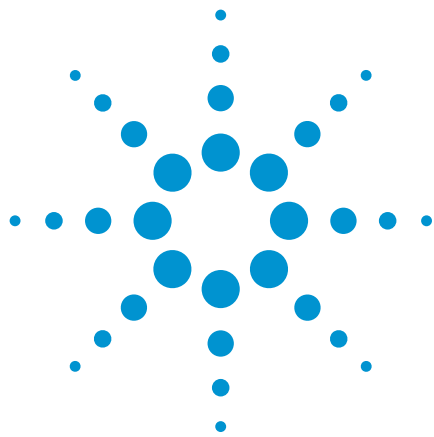




Разделение восьми бензодиазепинов на колонке Agilent Poroshell 120 EC-C18, 1,9 мкм

Рекомендации по применению

Низкомолекулярное лекарственное средство

Автор

Анна Мак (Anne Mack)
Agilent Technologies, Inc.

Аннотация

Восемь бензодиазепинов были проанализированы на колонке Poroshell 120 EC-C18, 2,1 × 150 мм, 1,9 мкм, с использованием растворов муравьиной кислоты и ацетонитрила в градиентном режиме элюирования. Восемь схожих по структуре соединений разделялись до базовой линии в течение 5 минут с минимальным разрешением 2,2.



Agilent Technologies

Введение

Колонки для ВЭЖХ с поверхностно-пористыми частицами являются распространенным инструментом жидкостной хроматографии. Эти колонки обеспечивают высокую эффективность при низком давлении по сравнению с колонками с полностью пористыми частицами [1]. Причиной этого в первую очередь служит сокращенное расстояние массопереноса и существенно меньшая дисперсия размеров частиц в колонке [2]. В настоящее время имеет место тенденция по уменьшению размера поверхностно-пористых частиц с целью еще большего повышения эффективности. Более высокая эффективность используется для ускорения анализа или улучшения результатов посредством повышения разрешения и чувствительности.

В настоящих рекомендациях по применению демонстрируется производительность УВЭЖХ на колонке Agilent Poroshell 120 EC-C18, 1,9 мкм, а также возможность разделения восьми близких по строению соединений до базовой линии.

Экспериментальная часть

В данном эксперименте использовалась система ВЭЖХ Agilent 1290 Infinity. Была выполнена модификация системы по отношению к ее стандартной конфигурации для обеспечения очень низкого объема и дисперсии системы. В табл. 1 представлена подробная информация о конфигурации и указаны колонки для ВЭЖХ, использовавшиеся в данном эксперименте. Параметры методов ВЭЖХ приведены в табл. 2.

Восемь бензодиазепинов, анализировавшихся в данной работе, были приобретены в виде смеси растворов у компании Cerilliant; их структурные формулы представлены на рис. 1. Муравьиная кислота была приобретена у компании Sigma-Aldrich. Ацетонитрил был приобретен у компании Honeywell (Burdick and Jackson). Фильтрация воды была проведена с помощью системы Milli-Q (Millipore) с фильтрами с размером пор 0,2 мкм и удельным сопротивлением воды на выходе 18 МОм·см.

Таблица 1. Конфигурация системы УВЭЖХ

Конфигурация системы ВЭЖХ Agilent 1290 Infinity

Бинарный насос Agilent 1290 Infinity (G4220A)	Смеситель растворителей на 35 мкл: смеситель Jet Weaver, 35 мкл/100 мкл (G4220-60006)
Высокоэффективный автосамплер Agilent 1290 Infinity (G4226A)	Седло игл в сборе, сверхнизкая дисперсия, для автосамплера Agilent 1290 Infinity (G4226-87030) → Нагреватель: Капилляры, нержавеющая сталь, 0,075 × 220 мм SV/SLV (5067-4784) Флаккон, навинчивающаяся крышка, темное стекло с местом для надписей, сертифицированный, 2 мл, 100 шт/уп (5182-0716) Крышка, навинчивающаяся, синяя, септа ПТФЭ/красный силикон, 100 шт/уп (5182-0717) Вкладыш для флаконов, 250 мкл, стекло с полимерным основанием, 100 шт/уп (5181-1270)
Термостат отсека для колонок Agilent 1290 Infinity (G1316C)	Теплообменник, низкая дисперсия, 1,6 мкл, двойной (G1316-60005) Нагреватель → колонка: Фитинги A-Line Quick Connect в сборе, 105 мм, 0,075 мм (5067-5961) Колонка → проточная кювета: Капилляры, нержавеющая сталь, 0,075 × 220 мм SV/SLV (5067-4784)
Диодно-матричный детектор Agilent 1290 Infinity (G4212A) Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition, версия C.01.05 [35]	Проточная кювета сверхнизкой дисперсии Max-Light, 10 мм (G4212-60038) G4220A: B.06.53 [0013] G4226A: A.06.50 [003] G1316C: A.06.53 [002] G4212A: B.06.53 [0013]
Колонка Agilent для ВЭЖХ	Колонка Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2,1 × 150 мм, 1,9 мкм (693675-902)

Таблица 2. Параметры метода УВЭЖХ

Колонка	Подвижная фаза	Скорость потока (мл/мин)	Состав подвижной фазы	Вводимый объем (мкл)	Проба	Термостат колоночного отделения (°C)	Диодно-матричный детектор
Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2,1 × 150 мм, 1,9 мкм	А) 0,4%-й водный раствор муравьиной кислоты В) ацетонитрил	0,5	36%, изократический режим	0,5	Cerilliant B-033 Многокомпонентная смесь 8 бензодиазепинов; 250 мг/мл каждого из компонентов в ацетонитриле; на рис. 1 представлены структурные формулы	20	254 нм, 80 Гц

Результаты и обсуждение

На рис. 2 представлено разделение восьми бензодиазепинов на колонке Poroshell 120 EC-C18, $2,1 \times 150$ мм, 1,9 мкм. Все соединения были разделены до базовой линии с минимальным разрешением 2,2 в течение 5 минут. Разделение бензодиазепинов представляет большую сложность из-за их структурного сходства (рис. 1). Однако колонка Poroshell с частицами размером 1,9 мкм отличается достаточной эффективностью и разрешающей способностью для успешного разделения этой пробы.

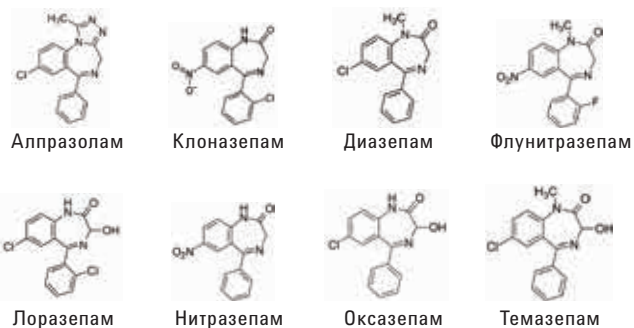


Рис. 1. Целевые соединения

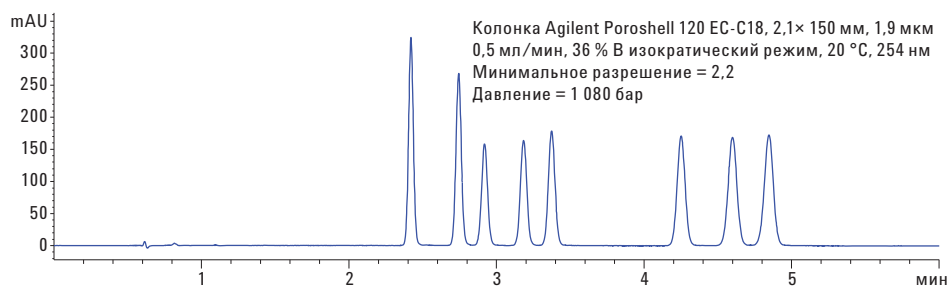


Рис. 2. Разделение бензодиазепинов на колонке Agilent Poroshell 120 EC-C18, 1,9 мкм

Выводы

Колонка Agilent Poroshell 120 EC-C18, 1,9 мкм, использовалась для выполнения сложного разделения восьми бензодиазепинов. Очень высокая эффективность этой небольшой колонки с поверхностно-пористыми частицами обеспечила достаточное разрешение для разделения до базовой линии близких по строению соединений на колонке размером $2,1 \times 150$ мм.

Литература

1. A. Gratzfield-Hugsen, E. Naegele. Maximizing efficiency using Agilent Poroshell 120 Columns. *Agilent Technologies Application Note*, 5990-5602EN, **2016**.
2. V. R. Meyer. Practical High Performance Liquid Chromatography. Fourth Edition, p. 34. Wiley (2004).

Дополнительная информация

Представленные данные отражают характерные результаты. Дополнительную информацию о продуктах и услугах нашей компании см. на веб-сайте www.agilent.com/chem.

www.agilent.com/chem

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования.

Информация, описания и спецификации в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc. 2016
Напечатано в США
18 октября 2016 г.
5991-7539RU



Agilent Technologies