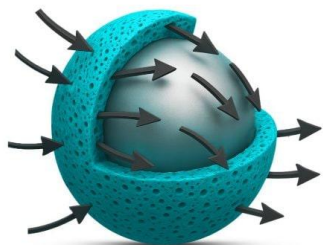


Optimalizace účinnosti HPLC analýz s kolonami Cortecs

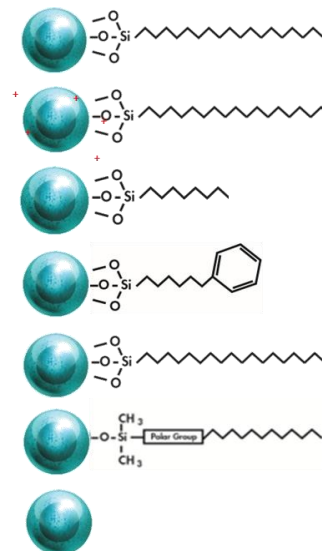
Martina

Částice s
pevným jádrem

Uvedení v roce
2013 (1.6 μm) a 2014 (2.7 μm)

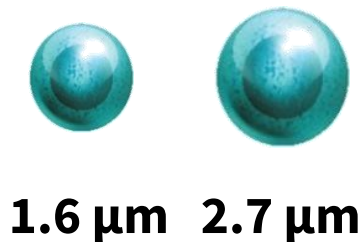
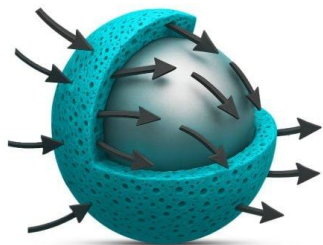


1.6 μm 2.7 μm

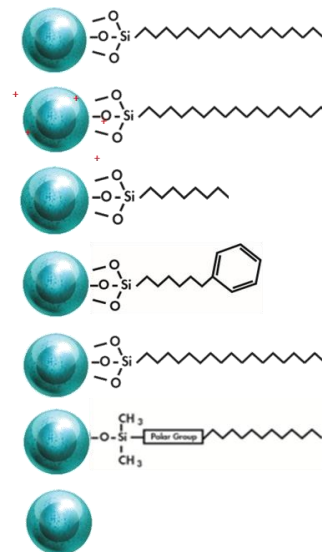


Částice s
pevným jádrem

Uvedení v roce
2013 (1.6 μm) a 2014 (2.7 μm)



1.6 μm 2.7 μm



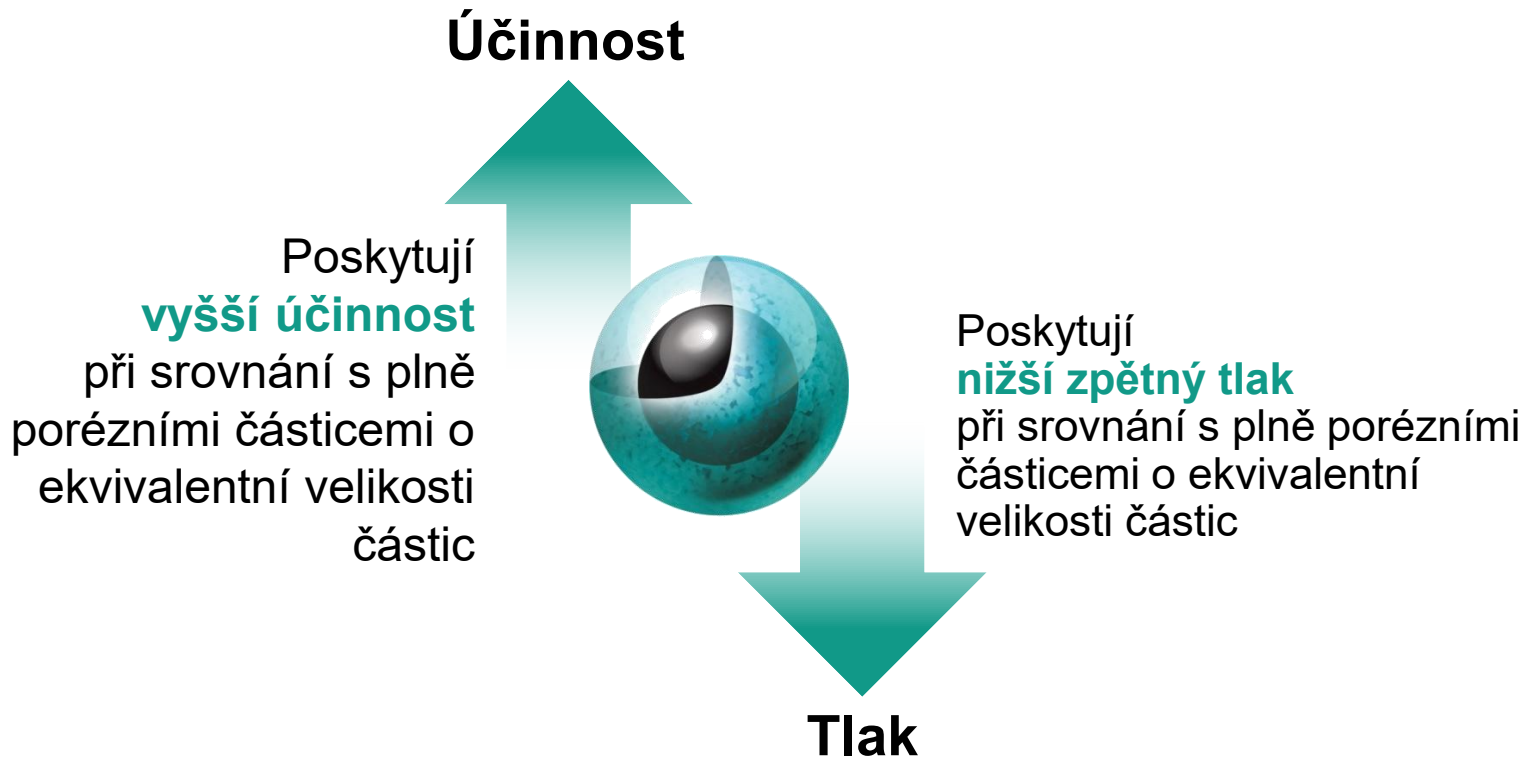
Uvedení v roce
2024 (5 μm)



5 μm

Proč jsou částice s pevným jádrem populární?

Waters™

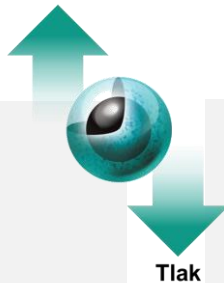


Proč?

$$H = a + \frac{b}{u} + c \cdot u$$

van Deemterova rovnice popisující
účinnost kolony

Účinnost

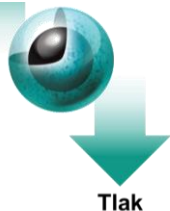


Tlak

$$\Delta P = \frac{F \cdot L}{r^2 \pi} \frac{180 \eta}{d_p^2} \frac{(1 - \varepsilon_e)^2}{\varepsilon_e^3}$$

Kozeny-Carman rovnice
popisující tlak na koloně

Proč?



$$\Delta P = \frac{F \cdot L}{r^2 \pi} \frac{180\eta}{d_p^2} \frac{(1 - \varepsilon_e)^2}{\varepsilon_e^3}$$

ε_e frakce „prázdného“ objemu v materiálu

- Pokud je průtok, délka kolony, její průměr a viskozita solventu konstantní:
 - Velikost částic d_p and externí porozita ε_e mají významný dopad na tlak na koloně
- Plně porézní částice $\varepsilon_e \cong 0.37$ **vyšší tlak**
- Částice s pevným jádrem $\varepsilon_e \cong 0.39$ **nižší tlak**

Menší částice – vyšší tlak

Méně „prázdná“ – vyšší tlak

Částice s pevným jádrem mají více prázdná??

- drsný / nerovný povrch – méně husté naplnění



Větší účinnost

van Deemterova rovnice

Na rozmývání chromatografického píků se podílejí tři nezávislé aditivní procesy

Člen a – vířivá difúze v mobilní fázi při jejím průchodu naplněnou kolonou (jak dobře jak kolona naplněna)

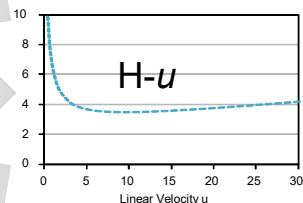
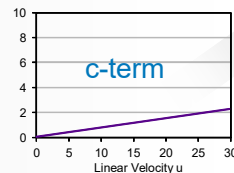
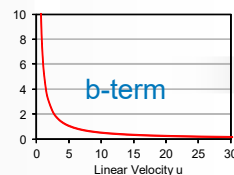
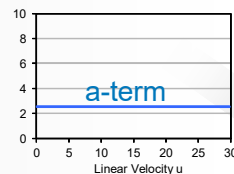
Člen b – podélná difúze – difúze analytu z centra zóny do jejích krajů

Člen c – odpor proti převodu hmoty

Waters™

$$H = a + \frac{b}{u} + c \cdot u$$

u – lineární rychlost



Umožní srovnat účinnost kolon bez ohledu na velikost částic a použitý analyt

$$H = a + \frac{b}{u} + c \cdot u$$

H-u rovnice

bezrozměrné

$$h = A + \frac{B}{v} + C \cdot v$$

Redukovaná rovnice
h-v

$$h = \frac{H}{d_p}$$

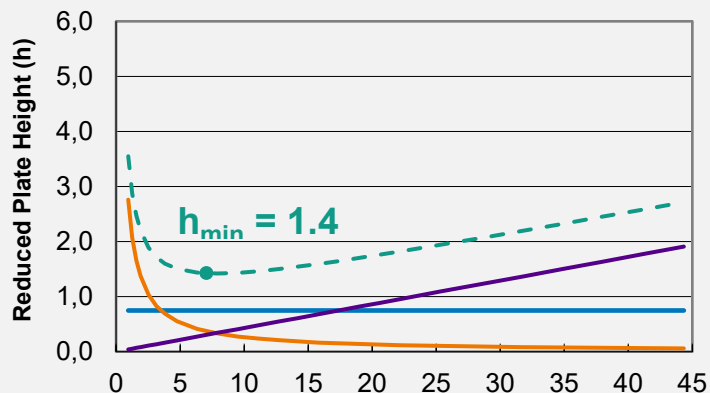
$$v = u \cdot \frac{d_p}{D_m}$$

d_p velikost částice, D_m difúzní koeficient analyty

Redukovaná van Deemterova rovnice

Redukovaná výška patra h pro Acenaphthene ($k' = 2.1$)

$$h = A + \frac{B}{v} + C \cdot v$$

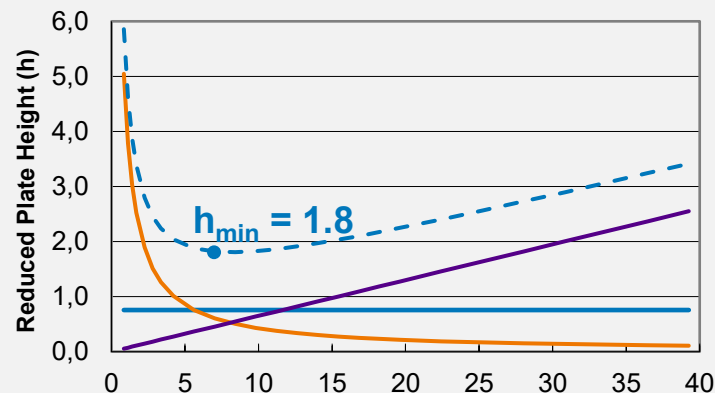


Reduced Linear Velocity (v_e)

-- h for 5 µm Solid-Core C₁₈ Column

$A = 0.764$, $B = 2.601$, $C = 0.042$

$h_{\text{vířivá}}$ (A)
 $h_{\text{podélná}}$ (B)
 $h_{\text{převod hmoty}}$ (C)



Reduced Linear Velocity (v_e)

-- h for 3.5 µm Fully-Porous C₁₈ Column

$A = 0.790$, $B = 4.205$, $C = 0.062$

Účinnost „Solid-Core“ částic proti plně porézním částicím

Waters™

Pro malé molekuly

A člen

A člen (vířivá difúze) má malá příspěvek

- Odráží, jak dobře je kolona plněna
- Waters umí

B člen

Z tohoto **B členu** vychází největší zlepšení účinnosti (podélná difúze)

- Neprůchodné pevné jádro zabraňuje rozmývání zóny analytu přes částici

C člen

C člen (převod hmoty) je malý pro oba druhy částic

- Kratší difúzní cesta je zanedbatelná

Rozlišení

Waters™

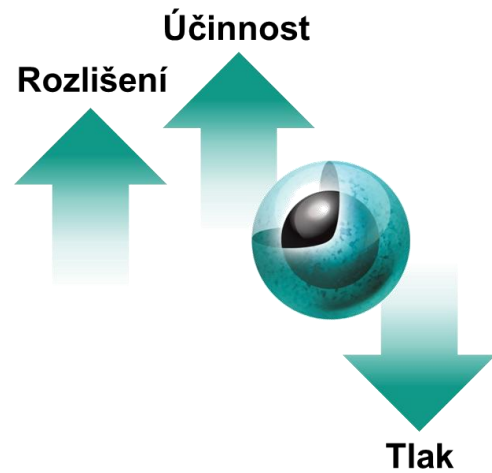
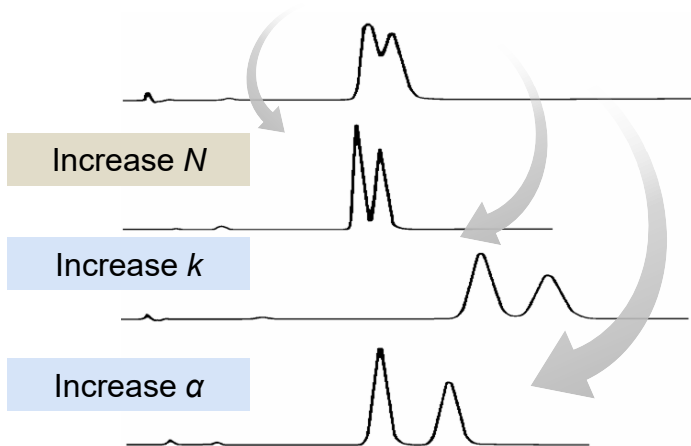
$$R_s = \frac{\sqrt{N}}{4} \cdot \frac{\alpha - 1}{\alpha} \cdot \frac{k}{k + 1}$$

Účinnost Selektivita Retentivita

**Chemické/Fyzikální
příspěvky**

Mechanický příspěvky

**Částice s pevným
jádrom zvyšují účinnost
a tedy i rozlišení**



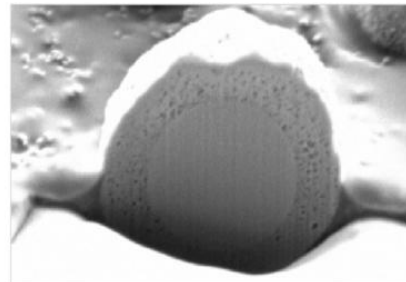
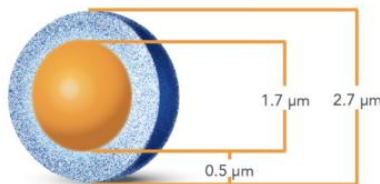
První „solid-core“
částice už v 70. letech

První komerčně
dostupné Halo (2.7 μm)
2006

Dnešní částice se
vyrábějí nanášením více
vrstev na pevné
silikagelové jádro

- Malá účinnost, malá kapacita

HALO® 2.7 μm



- Lepší konstrukce částic i lepší plnění zajišťují potřebnou účinnost i kapacitu



Částice s pevným jádrem na trhu

Waters™

Ascentis
Express

2.7 μm

2006

2007

2009

Halo

Kinetex

2.7 μm

1.7 μm , 2.6 μm

2013

2014

Cortecs

Cortecs

1.6 μm

2.7 μm



UPLC

UHPLC

	LC systémy		
	UPLC	UHPLC	HPLC
Disperze	< 12 μL	12-30 μL	> 30 μL
Typické tlaky	9,000 – 18,000 PSI	6,000 – 18,000 PSI	< 6,000 PSI
Typické velikosti částic	<2 μm	~2.5 μm	>3 μm



Částice s pevným jádrem na trhu

Waters™

Ascentis
Express

2.7 µm

Ascentis Express a
Kinetex

5 µm

2006

2007

2009

2012

Halo

2.7 µm

Kinetex

1.7 µm, 2.6 µm

2013

2014

2024

Cortecs

1.6 µm

Cortecs

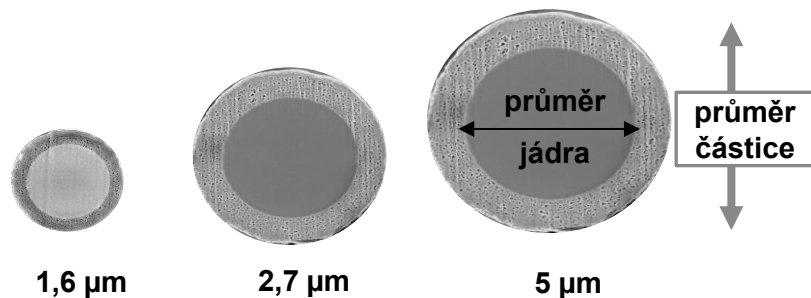
2.7 µm

Cortecs

5 µm

Škálování

Waters™

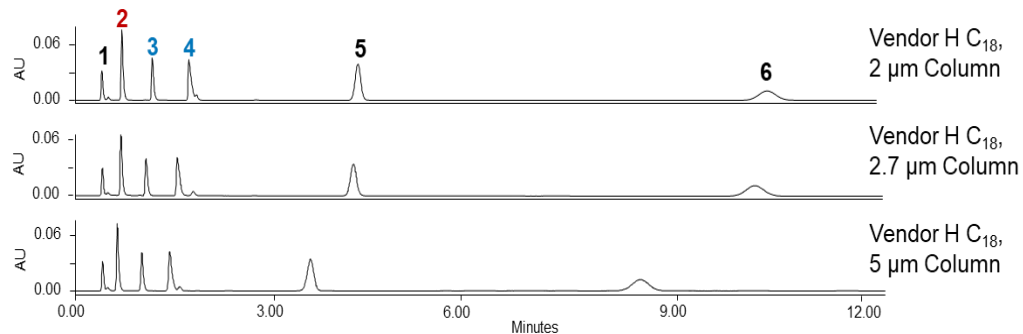


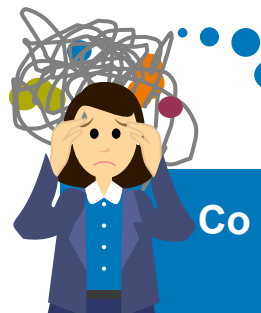
$$\text{Rho } (\rho) = \frac{\text{průměr jádra}}{\text{průměr částice}}$$

$\rho = 0 \rightarrow$ plně porézní částice

$\rho = 1 \rightarrow$ neporézní částice

Je důležité zachovat parametr Rho pro všechny velikosti částic – škálování metod HPLC – UHPLC





Alliance 2695,
Agilent 1100/1200,
Shimadzu Prominence,
etc.

Co může HPLC uživatele trápit

Nízké tlakové limity

Dlouhé časy analýz, velká spotřeba
rozpuštědel

Nízké rozlišení, účinnost a citlivost

Životnost/ použitelnost kolon – nízké
tlakové limity stroje

Boj proti nespecifickým interakcím



Jak z toho i tak dostat maximum

CORTECS™
COLUMNS

CORTECS™
COLUMNS

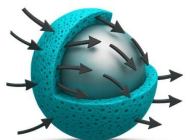
CORTECS™
COLUMNS

VANGUARD™
COLUMN PROTECTION

MAXPEAK™
PREMIER

CORTECS Premier C18, 5 μm , VanGuard FIT

Waters™



MaxPeak HPS
technologie

Ochrana s Fully
Integrated
Technologií

Prodloužení
životnosti/
použitelnosti
kolony

High Performance
Surface

Potlačení
nespecifických
interakcí s
kolonou



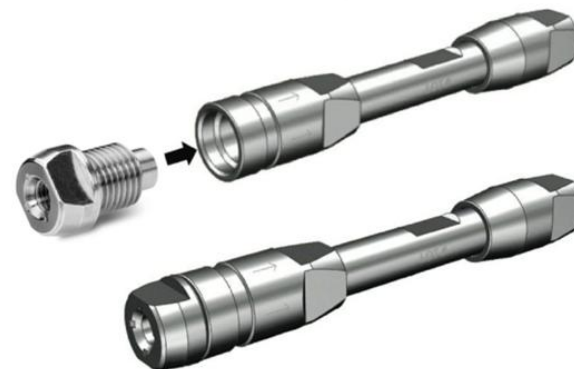
No
adsorption



MaxPeak High Performance Surface

+ + + Metal Oxide Layer + + +

Metal



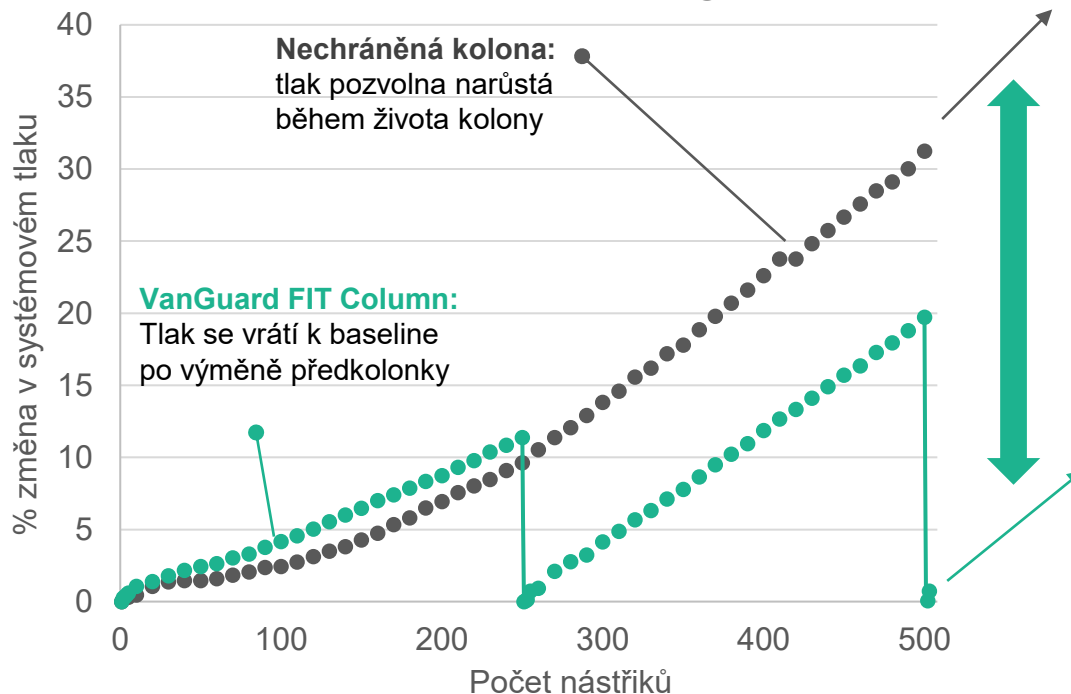
VanGuard FIT ochrana kolony

Waters™



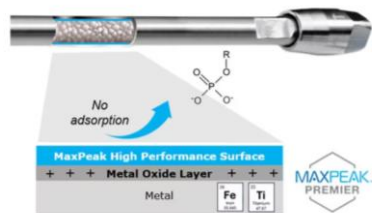
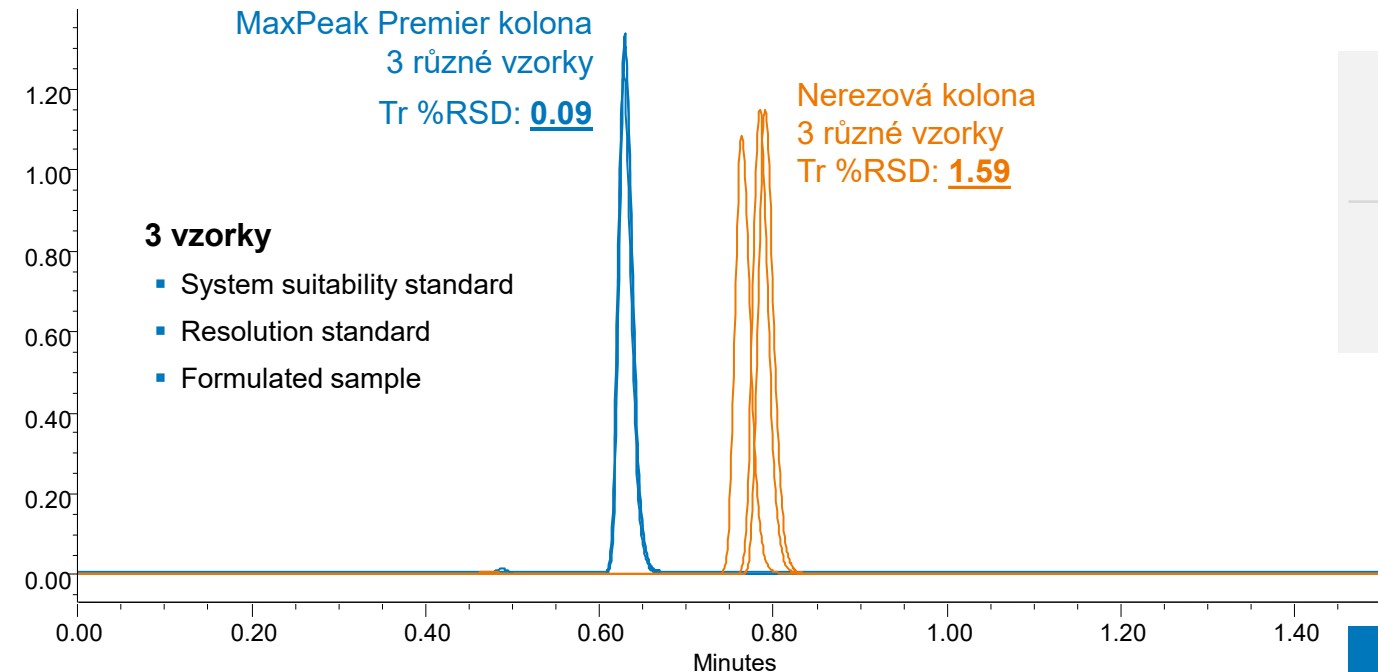
- Jednoduchá instalace
- Žádné ferule, extra tubing
- Minimální možnost podtékání
- Konzistentní výsledky
- **Jedna již nainstalovaná předkolonka**

Procentuální změna tlaku vs počet nástřiků
Nechráněná kolona vs. VanGuard FIT kolona



Zlepšení reprodukovatelnosti výsledků:

USP monografie, obsah acetaminofenu v sirupu proti kašli



% RSD pro RT	
Nerezová kolona	1.59
MaxPeak Premier kolona	0.09
% RSD pro Peak Area	
Nerezová kolona	0.91
MaxPeak Premier kolona	0.03

**MaxPeak Premier kolony
<0.1% RSD**

CORTECS Premier 5 µm Kolony

Waters™

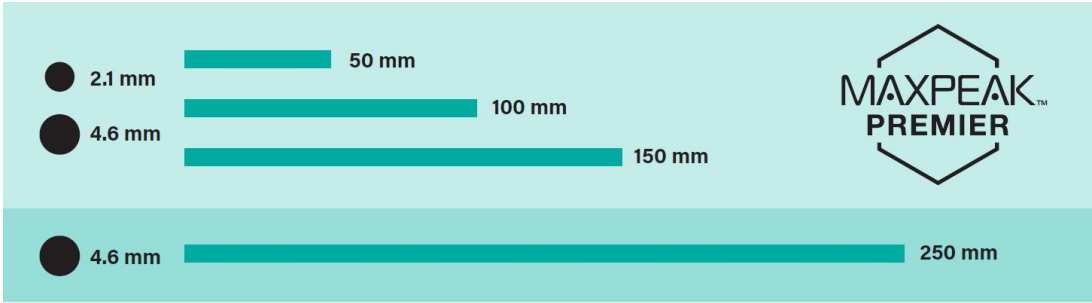
Dostupné ligandy



C₁₈

C₁₈⁺

T3



All Column and FIT Column dimensions are also available as Method Validation Kits.

Analytical Column



VanGuard FIT Column



VanGuard Fit Cartridge

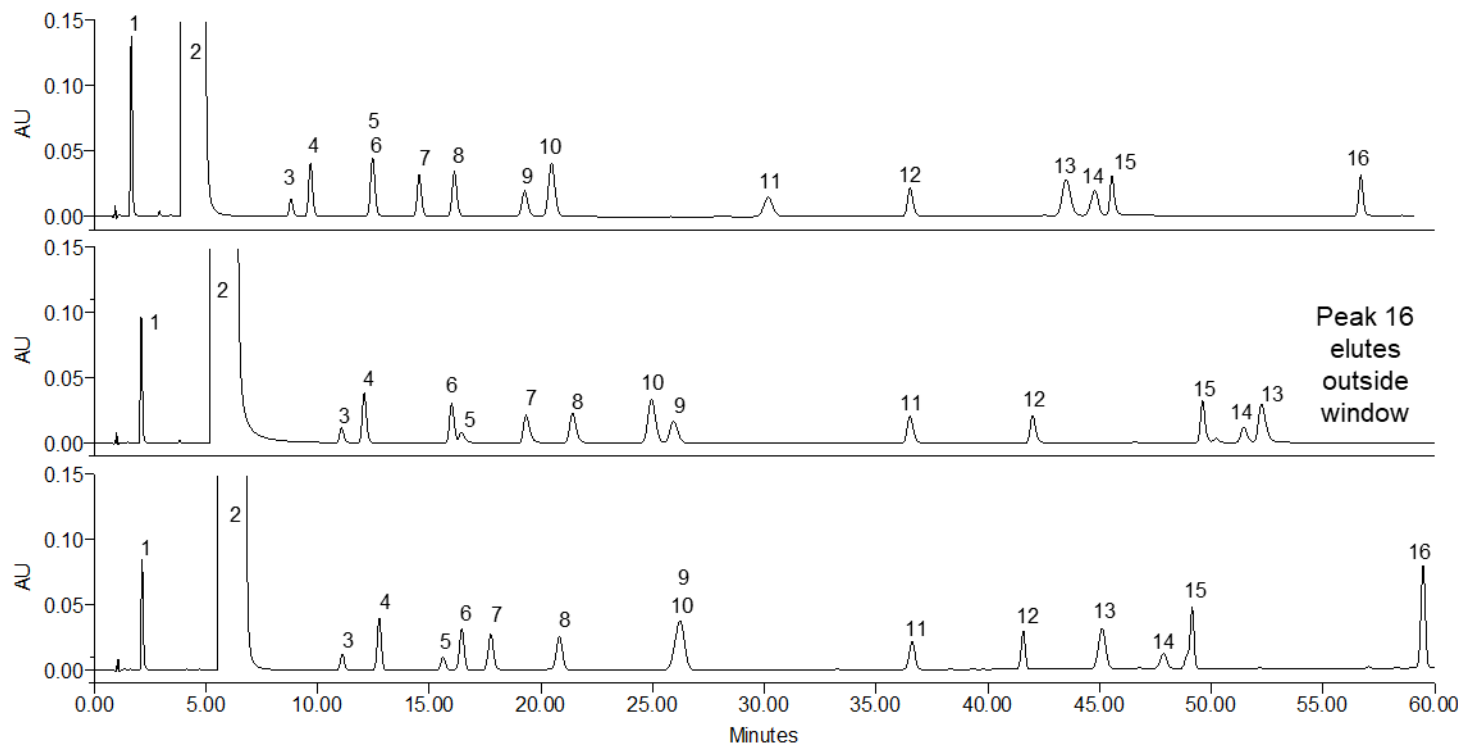


- 2.1 x 5 mm
- 3.9 x 5 mm

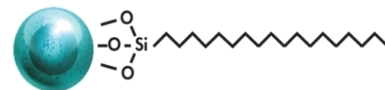
CORTECS Premier 5 μm kolony

Srovnání selektivit tří kolon L1 – všechny splní EP monografii

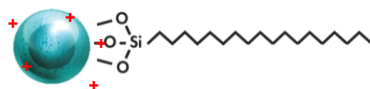
Waters™



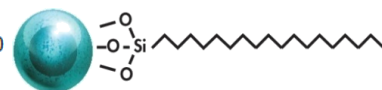
CORTECS Premier 5 μm
C₁₈ Column



CORTECS Premier 5 μm
C₁₈₊ Column



CORTECS Premier 5 μm
T3 Column



Paracetamol (2) Impurity analysis as outlined in EP monograph method.

Modernizace lékopisné metody:

Zidovudine (assay, impurities)

- Předepsána L1, 5µm, 4.6 x 250 mm

XBridge BEH C18, 5 µm, 4.6 x 250 mm

- $L/dp = 250/0,005 = 50\ 000$

Modernizace -25% (37 500) až +50% (75 000)

XBridge BEH C18, 3.5 µm, 4.6 x 150 mm

➡ Vyšší tlak = instrumentace?

- $N = 79\ 631$

Column	%RSD (assay)	USP tailing (assay)	%RSD (impurity)	USP resolution (impurity)	USP plate count (assay)	Range of acceptable N values for scaling
Monograph acceptance criteria	NMT 2.0%	NMT 2.0	NMT 5.0%	NLT 2.0	None	N/A
XBridge BEH C ₁₈ , 4.6 × 250 mm 5 µm	1.114	1.08	0.307	3.78	79631	59,723–119,447



- Co pevné jádro?

Cortecs Premier C18, 5 µm, 4.6 x 150 mm

Modernizace lékopisné metody:

Zidovudine (assay, impurities)

XBridge BEH C18, 5 µm, 4.6 x 250 mm

Column	%RSD (assay)	USP tailing (assay)	%RSD (impurity)	USP resolution (impurity)	USP plate count (assay)	Range of acceptable N values for scaling
Monograph acceptance criteria	NMT 2.0%	NMT 2.0	NMT 5.0%	NLT 2.0	None	N/A
XBridge BEH C ₁₈ , 4.6 × 250 mm 5 µm	1.114	1.08	0.307	3.78	79631	59,723–119,447

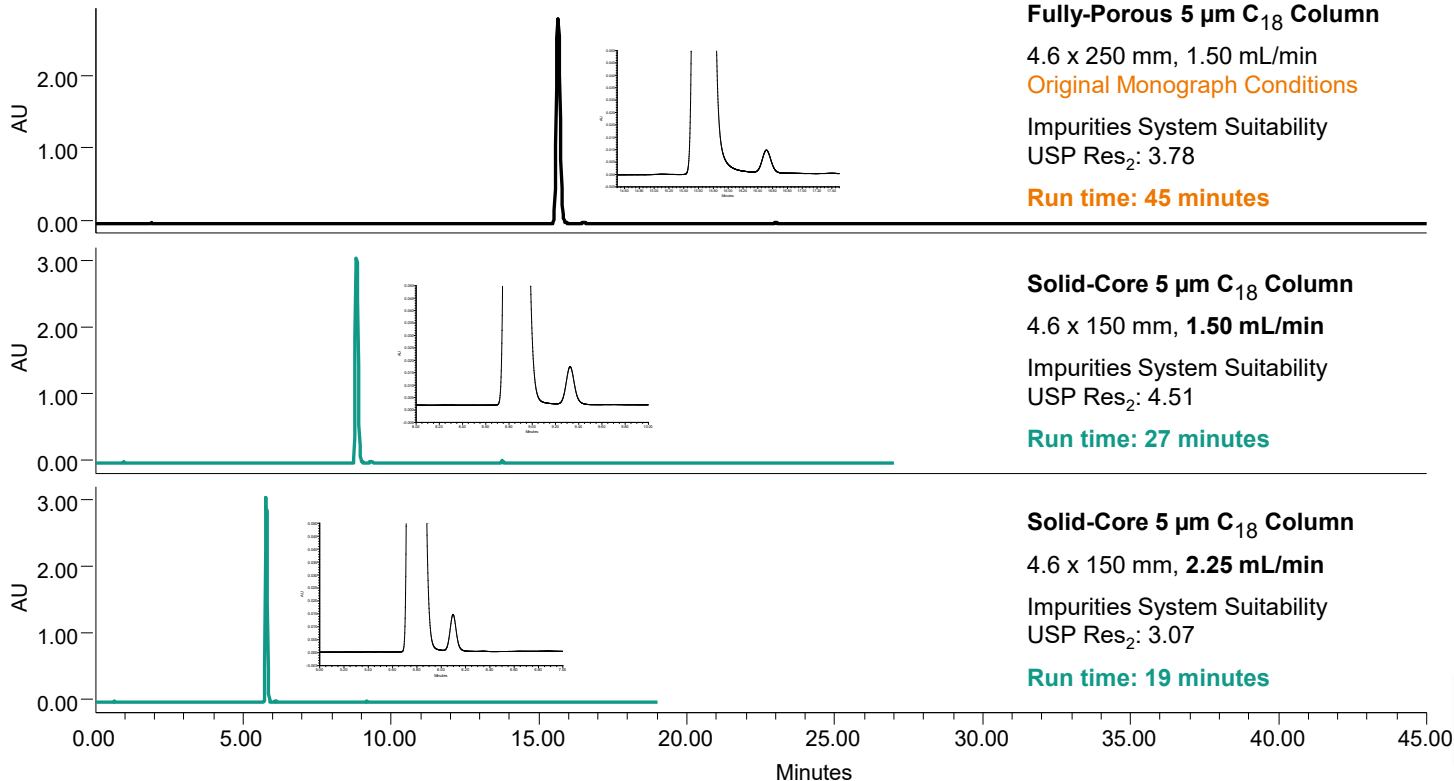
Cortecs Premier C18, 5 µm, 4.6 x 150 mm

Column	%RSD (assay)	USP tailing (assay)	%RSD (impurity)	USP resolution (impurity)	USP plate count (assay)	Range of acceptable N values for scaling
Monograph acceptance criteria	NMT 2.0%	NMT 2.0	NMT 5.0%	NLT 2.0	None	N/A
XBridge BEH C ₁₈ , 4.6 × 250 mm 5 µm	1.114	1.08	0.307	3.78	79631	59,723–119,447
CORTECS Premier C ₁₈ , 4.6 × 150 mm 5 µm (1.5 mL/min)	0.205	1.13	0.050	3.30	71,899	
CORTECS Premier C ₁₈ , 4.6 × 150 mm 5 µm (2.25 mL/min)	0.097	1.12	0.546	3.07	61,467	

Modernizace lékopisné metody

Waters™

Co ušetřím:



System suitability test

16 nástřiků

12 hod

1080 ml

7,2hod

648 ml

5 hod

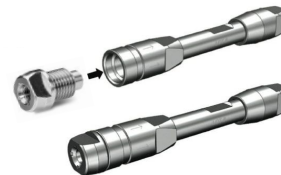
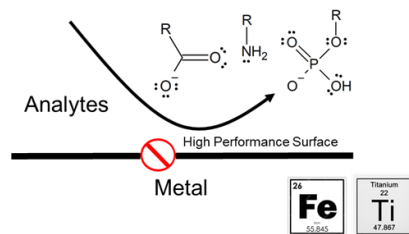
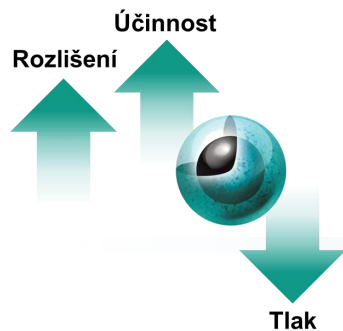
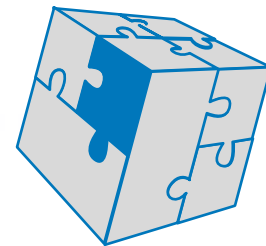
648 ml

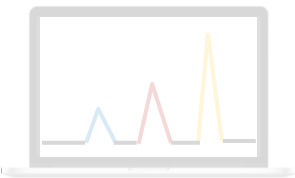
**o 60% méně času,
o 40% méně rozpouštědel**



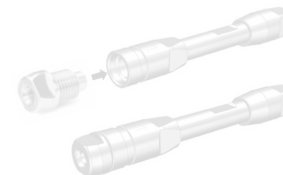
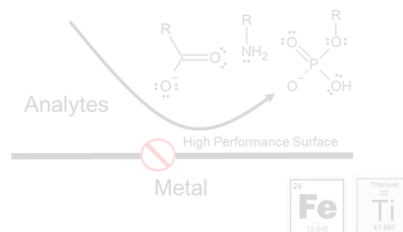
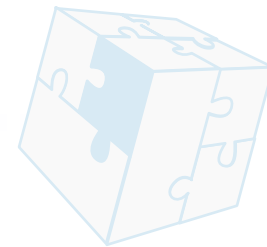
CORTECS Premier C18, 5 μm, VanGuard FIT

Waters™





CORTECS Premier C18, 5 µm, VanGuard FIT



[Waters.com](https://www.waters.com) eshop

Waters™

Search by:

Ceny v CZK

Keyword



Hello, Martina Riesová

Quick Order (+)

Cart (2)

[Products](#) [Applications](#) [Support](#) [Services](#) [Education](#) [Events](#) [About Waters](#) [Shop](#) [Contact Waters](#)

„Moje“ ceny

Shopping Cart (2 items)

SKU Number

1

ADD TO CART

Add Multiple Items

SKU: 186002350

ACQUITY UPLC BEH C18 Column, 130Å, 1.7 µm, 2.1 mm X 50 mm, 1/pk

List Price 27,560.00 CZK

1

Your Price

24,804.00 CZK

In Stock ✓

Order Now

[Remove Item](#)

SKU: 186000307C

LCGC Certified Clear Glass 12 x 32 mm Screw Neck Vial, with Cap and Preslit PTFE/Silicone Septum, 2 mL Volume, 100/pk

List Price 1,820.00 CZK

1

Your Price

1,638.00 CZK

In Stock ✓

Order Now

[Remove Item](#)[Remove All Items](#) (X)[Download Cart](#) ↓[Share Cart](#)

Order Summary

Subtotal (2 item) 29,380.00 CZK

Savings* -2,938.00 CZK

Shipping and Handling 525.00 CZK

Estimated Tax 5,663.07 CZK

Based on TNT Standard Delivery to CZ

Have a Promotional Code?

[CAT10](#) [Details](#)

Order Total 32,630.07 CZK

[CONTINUE TO CHECKOUT](#)[REQUEST A QUOTE](#)[Already have a Quote?](#)

Promo kódy emailom

Nemusí platit pro všechny

Nemusí platit na všechno

Rovnou objednat

Nabídka v pdf

Waters™

Waters™

Search by

Ceny v CZK

Keyword



Hello, Martina Riesová

Quick Order (+)

Cart (2)

[Products](#) [Applications](#) [Support](#) [Services](#) [Education](#) [Events](#) [About Waters](#) [Shop](#) [Contact Waters](#)

„Moje“ ceny

Shopping Cart (2 items)

SKU Number

1

ADD TO CART

Add Multiple Items

SKU: 186002350

ACQUITY UPLC BEH C18 Column, 130Å, 1.7 µm, 2.1 mm X 50 mm, 1/pk

List Price 27,560.00 CZK

1

Your Price

24,804.00 CZK

In Stock ✓

Order Now

[Remove Item](#)

SKU: 186000307C

LCGC Certified Clear Glass 12 x 32 mm Screw Neck Vial, with Cap and Preslit PTFE/Silicone Septum, 2 mL Volume, 100/pk

List Price 1,820.00 CZK

1

Your Price

1,638.00 CZK

In Stock ✓

Order Now

[Remove Item](#)[Remove All Items](#) (X)[Download Cart](#) ↓[Share Cart](#)

Order Summary

Subtotal (2 item) 29,380.00 CZK

Savings* -2,938.00 CZK

Shipping and Handling 525.00 CZK

Estimated Tax 5,663.07 CZK

Based on TNT Standard Delivery to CZ

Have a Promotional Code?

[X CAT10 Details](#)

Order Total 32,630.07 CZK

[CONTINUE TO CHECKOUT](#)[REQUEST A QUOTE](#)[Already have a Quote?](#)

Waters™

24/7

17/6



nabídky vidím

objednávky nevidíme

chybíte mi 😊

Waters™

Děkuji za pozornost

