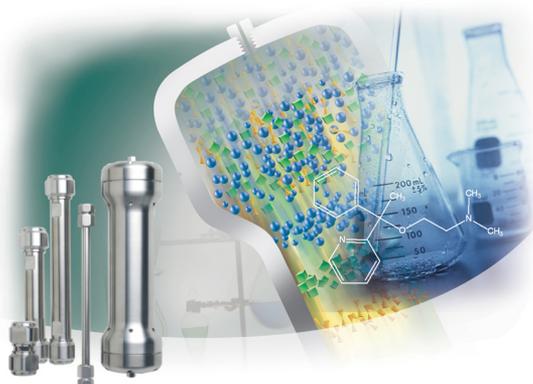


Pursuit® XRs Prep HPLC-Säulen

HERVORRAGENDE AUFLÖSUNG. MAXIMALE LEBENSDAUER. HÖCHSTE LEISTUNG.



Pursuit XRs Prep-Säulen von Varian, Inc. sind der neue Standard für die Chromatographie mit Packungsmaterialien auf der Basis von hochreinem Kieselgel. Sie ermöglichen die höchste Beladung für präparative Applikationen. Die Varian Wissenschaftler haben es ermöglicht, einzigartige modernste Reversed-Phase-Medien zu entwickeln, die maximale Auflösung, längere Säulenlebensdauer und ausgezeichnete Reproduzierbarkeit bieten. Pursuit XRs, das sowohl in konventionellen, vorgepackten präparativen Säulen als auch als Bulk-Material für die anwenderfreundliche 'Load & Lock'-Säulenpackstation verfügbar ist, verbessert die Produktivität pharmazeutischer und analytischer Laboratorien durch Erhöhung der Substanzmenge, die pro Zeiteinheit gereinigt wird.

Hauptvorteile sind:

- ▶ **Höchste Beladbarkeit.** Gesteigerte Produktivität durch Aufreinigung von mehr Substanz pro Run.
- ▶ **Hervorragende Auflösung der Analyten.** Optimale Wahl für die Auflösung komplexer Gemische.
- ▶ **Einfacher, linearer "Scale-Up".** Problemloser "Scale-Up" vom analytischen zum präparativen Maßstab ohne Verringerung der Trennleistung.
- ▶ **Hervorragende Lebensdauer der Säulen.** Die fortschrittliche Bonding-Chemie ermöglicht die Herstellung stabiler und zuverlässiger Säulen.

Hinweis: Dieses Dokument beinhaltet Referenzen zu Varian, Inc.. Bitte beachten Sie, dass Varian, Inc. nun ein Teil von Agilent Technologies ist. Weitere Informationen finden Sie unter:

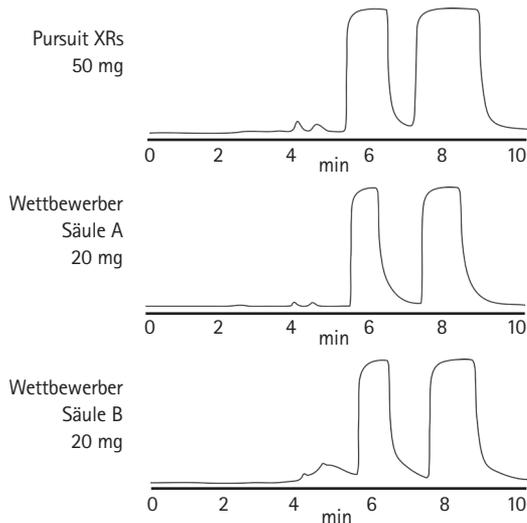
www.agilent.de/chem.

Die hohe Ligandendichte in Kombination mit der großen Kieselgeloberfläche (100 Å Porenweite) führt bei den präparativen Pursuit XRs-Säulen zu einer gesteigerten Produktivität. Die Säulen bieten bei bester Auflösung maximale Beladbarkeit, hervorragende Stabilität und problemlosen Scale-up.

Maximale Beladbarkeit

In der präparativen Chromatographie wird die Maximierung der Beladbarkeit ohne Beeinträchtigung der Auflösung angestrebt. Beim Sammeln reiner Fraktionen einer Verunreinigung eines aktiven pharmazeutischen Wirkstoffs (API) wird ein großer Selektivitäts-Unterschied zwischen Verunreinigung und dem API benötigt, um die Probenmenge, die ohne Verlust an Auflösung aufgegeben werden kann, zu maximieren. Bessere Beladungs-Eigenschaften führen zu weniger präparativen Läufen für eine bestimmte Menge reinen Materials. Das Ergebnis sind schnellere Aufreinigung und erhöhter Durchsatz. Abb. 1 und Tabelle 1 zeigen, daß die Beladbarkeit der Pursuit XRs Säule unter identischen Bedingungen besser ist als die der HPLC-Phasen anderer Hersteller. Die Massen-Beladung wird im Vergleich zu Wettbewerbs-Phasen bis zum 2,5-fachen gesteigert. Mit anderen Worten, etablierte Phasen vertragen 50% Probenbeladung weniger als Pursuit XRs. Auch bei höherer Kapazität übertrifft Pursuit XRs etablierte Phasen hinsichtlich Auflösung, Selektivität und Peakform. Selbst bei der 2,5-fachen Beladung ist der Effizienzabfall in Abhängigkeit der Beladung im Vergleich zum Wettbewerb (85% - 90%) bei Pursuit XRs geringer (82%). Dies spiegelt die insgesamt bessere chromatographische Leistung wider.

Abb. 1 Beladbarkeit von Pursuit XRs-C18 Prep-Säulen



Abmessungen: 250 x 4,6 mm, 10 µm, Mobile Phase: CH₃OH:H₂O / 70:30, Flussrate: 1,0 mL/min, Temp.: 30°C, Detektion: UV @ 254 nm, Probe: 1. Methylbenzoat, 2. Ethylbenzoat

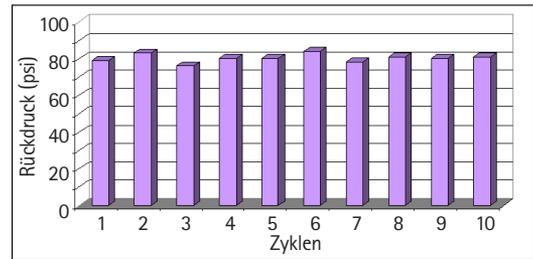
Tabelle 1.

	Pursuit XRs	Säule - A	Säule - B
Beladbarkeit (mg)	50	20	20
Auflösung	2,10	1,72	1,48
Selektivität	1,35	1,23	1,21
Asymmetrie (USP), Ethylbenzoat	5,09	6,67	6,42

Ausgezeichnete Stabilität

Das Packungsbett von HPLC-Säulen darf keine Hohlräume enthalten, weil diese Peak-Splitting und eine insgesamt gestörte chromatographische Trennleistung zur Folge hätten. Bei präparativen Säulen sind die Kompressionskräfte, die für die Herstellung eines Packungsbetts ohne Hohlräume benötigt werden höher als bei analytischen Säulen. Daher müssen die chromatographischen Medien für präparative Applikationen eine ausgezeichnete mechanische Stabilität aufweisen. Darüber hinaus müssen die Packungsmaterialien über einige Säulenpack- und Entpack-Zyklen stabil sein. Die Daten in Abb. 2 zeigen die Druckabfälle während 10 Säulenpack- und Entpack-Zyklen mit reinem Pursuit XRs Kieselgel (10 µm). Bei dynamischer axialer Kompression (DAC) ist der Druckunterschied über 10 Pack- / Entpack-Zyklen konstant. Dies zeigt, daß Pursuit XRs Kieselgel (10 µm) sehr robust ist und über eine ausgezeichnete mechanische Stabilität verfügt. Auch die hervorragende mechanische Stabilität der C18-Phase basiert auf diesen Eigenschaften des reinen Kieselgels.

Abb. 2. Mechanische Stabilität (DAC-Modus) von reinem Pursuit XRs Kieselgel

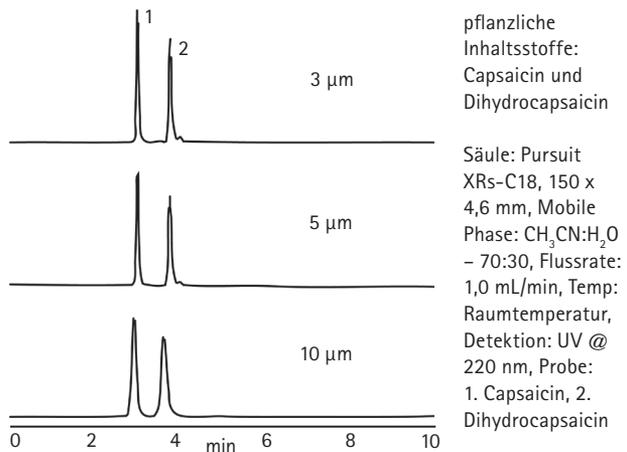


Säule: Load & Lock™ - LL4002 (DAC-Modus), 100 x 50 mm, Hydraulischer Druck: 1000 psi (auf das Packungsbett: 633 psi / 44 bar) Mobile Phase: Methanol, Flussrate: 100 mL/min

Skalierbarkeit – von analytischen zu präparativen Applikationen

'Scale-Up': von analytischen zu präparativen Partikelgrößen Die Pursuit XRs Säulenreihe wurde mit dem Gedanken an Scale-Up konzipiert. Varian bietet diese C18-Säulen mit 3, 5 und 10 µm Partikelgröße an. Dies vereinfacht den 'Scale-Up'. Abb. 3 zeigt einen einfachen, linearen 'Scale-Up' von pflanzlichen Inhaltsstoffen von analytischen Säulen (3 µm und 5 µm) auf eine präparative Säule (10 µm).

Abb. 3. Skalierbarkeit von Pursuit XRs

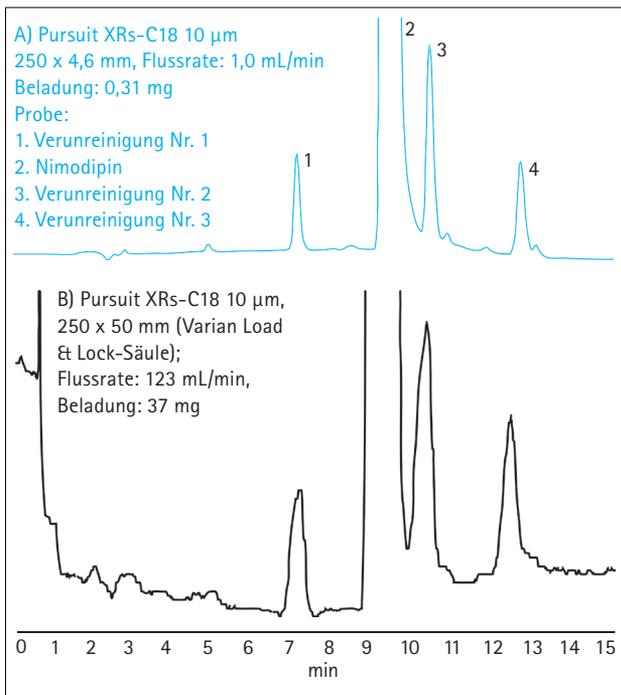


pflanzliche Inhaltsstoffe: Capsaicin und Dihydrocapsaicin
Säule: Pursuit XRs-C18, 150 x 4,6 mm, Mobile Phase: CH₃CN:H₂O - 70:30, Flussrate: 1,0 mL/min, Temp: Raumtemperatur, Detektion: UV @ 220 nm, Probe: 1. Capsaicin, 2. Dihydrocapsaicin

'Scale-Up': vom analytischen zum präparativen Säulendurchmesser und zur präparativen Beladung
 Mit den Pursuit XRs-Säulen kann man jederzeit einen 'Scale-Up' vom analytischen zum präparativen Maßstab durchführen, ohne daß Trennleistung verloren geht. In Abb. 4 ist ein linearer 'Scale-Up' mit Pursuit XRs-C18 (10 µm) zur Isolierung und Aufreinigung eines synthetisch hergestellten Vasodilators, Nimodipin, dargestellt. Alle drei Verunreinigungen sind sowohl auf der analytischen als auch der präparativen Säule einfach zu trennen. 'Scale-Up'-Beladungen bis zum 120-fachen der analytischen Trennung konnten ohne Mühe erreicht werden.

Isolierung von Nimodipin und Verunreinigungen
 Die Chromatogramme in Abb. 4 zeigen die Trennleistung einer analytischen Pursuit XRs-C18 Säule (10 µm) und einer präparativen Load & Lock-Säule 250 x 50 mm (10 µm).

Abb. 4. 'Scale-Up' vom analytischen zum präparativen Maßstab

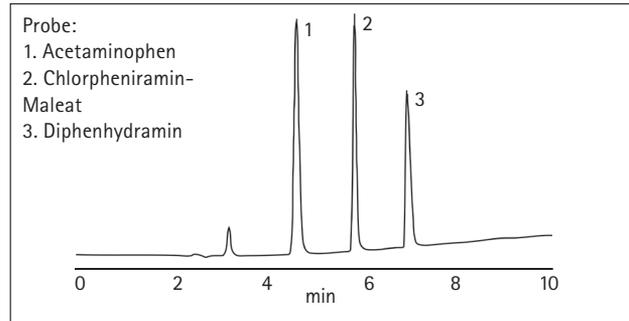


Mobile Phase: A: H₂O + 0,1% TFA, B: CH₃CN + 0,1% TFA,
 Gradient: 50-90% B in 10 Minuten, halten bei 90% B für 5 Minuten,
 Temperatur: Raumtemperatur, Detektion: UV @ 254 nm

Applikationen

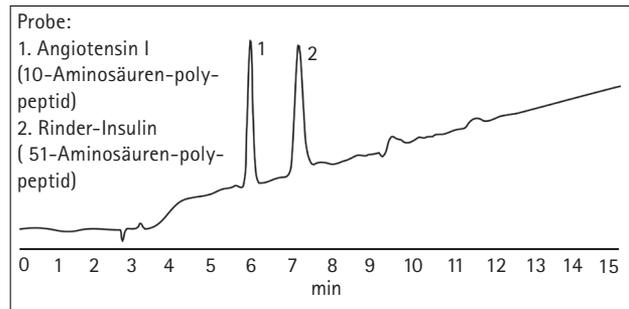
In der Varian-Applikationsabteilung wurden präparative Pursuit XRs-Säulen mit diversen Pharmazeutika, Peptiden und pflanzlichen Inhaltsstoffen getestet. Einige Applikations-Beispiele mit Pursuit XRs Prep-Säulen sind nachfolgend dargestellt.

Erkältungsmittel



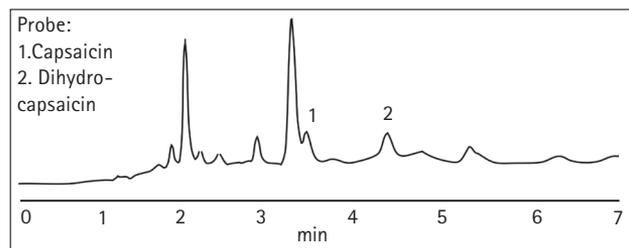
Säule: Pursuit XRs-C18 10 µm, 250 x 4,6 mm
 Mobile Phase : A : H₂O + 0,1% HCOOH, B : CH₃CN + 0,1% HCOOH
 Gradient : 15-70% B in 10 Minuten, Flussrate : 1,0 mL/min,
 Temp. : Raumtemperatur, Detektion: UV @ 254 nm

Peptide



Säule: Pursuit XRs-C18 10 µm, 250 x 4,6 mm
 Mobile Phase: A: H₂O + 0,1% TFA, B: 80% CH₃CN + 0,1% TFA
 Gradient: 30-80% B in 15 Minuten, Flussrate: 1,0 mL/min,
 Temp.: Raumtemperatur, Detektion: UV @ 215 nm

Paprika-Extrakt



Säule: Pursuit XRs-C18 10 µm, 250 x 4,6 mm
 Mobile Phase : CH₃CN:H₂O – 70:30, Flussrate: 1,0 mL/min,
 Temp. : Raumtemperatur, Detektion : UV @ 220 nm

Load & Lock™-Säulen und Bestellinformation

Pursuit XRs Load & Lock-Säulen

Die Konfiguration der Load & Lock-Säulen eignet sich hervorragend für die präparative HPLC.

Die Load & Lock-Säulenserie von Varian bietet einfache Handhabung, ein stabiles Packungsbett und eine bis zu 25% höhere Beladbarkeit aufgrund des einzigartigen Flussverteilungssystems. Weitere Informationen zu Load & Lock-Säulen und zur Packstation erhalten Sie von Ihrer Varian-Niederlassung.



Abb. 5. 1", 2" und 3" ID Load & Lock-Säulen einschließlich pneumatischer Hydraulikpumpe

Spezifikationen

Pursuit XRs Prep

Partikelgröße	Form	Oberfläche	Porenweite	Porenvolumen	Reinheit	Funktionalität	End-capping	Kohlenstoff-beladung	pH-Bereich
5 µm, 10 µm	sphärisch	440 m ² / g	100 Å	1,1 mL / g	99,999%	Octadecyl	ja	22%	1,5 - 10

Bestellinformation

Pursuit XRs-C18 Prep-Säulen

Beschreibung	Abmessungen			
	50 mm	100 mm	150 mm	250 mm
4,6 mm (ID)				250 x 4,6 mm
5 µm Pursuit XRs-C18				A6000250X046
10 µm Pursuit XRs-C18				A6002250X046
10 mm (ID)	50 x 10 mm		150 x 10 mm	250 x 10 mm
5 µm Pursuit XRs-C18	A6000050X100		A6000150X100	A6000250X100
10 µm Pursuit XRs-C18				A6002250X100
21,2 mm (ID)	50 x 21,2 mm		150 x 21,2 mm	250 x 21,2 mm
5 µm Pursuit XRs-C18	A6000050X212		A6000150X212	A6000250X212
10 µm Pursuit XRs-C18				A6002250X212
30 mm (ID)	50 x 30 mm	100 x 30 mm		250 x 30 mm
5 µm Pursuit XRs-C18	A6000050X300	A6000100X300		A6000250X300
10 µm Pursuit XRs-C18				A6002250X300
50 mm (ID)		100 x 50 mm	150 x 50 mm	250 x 50 mm
10 µm Pursuit XRs-C18		A6002100X500	A6002150X500	A6002250X500

Pursuit XRs-C18 Bulk-Material

Beschreibung	Menge			
	100 g	500 g	1 kg	2 kg
10 µm Pursuit XRs-C18	A6002100g	A6002500g	A600201kg	A600202kg

Pursuit XRs-Si Prep-Säulen

Beschreibung	Abmessungen			
	50 mm	100 mm	150 mm	250 mm
4,6 mm (ID)				250 x 4,6 mm
10 µm Pursuit XRs-Si				A6004250X046
10 mm (ID)				250 x 10 mm
10 µm Pursuit XRs-Si				A6004250X010
21,2 mm (ID)				250 x 21,2 mm
10 µm Pursuit XRs-Si				A6004250X212
30 mm (ID)				250 x 30 mm
10 µm Pursuit XRs-Si				A6004250X300
50 mm (ID)				250 x 50 mm
10 µm Pursuit XRs-Si				A6004250X500

Pursuit XRs-Si Bulk-Material

Beschreibung	Menge			
	100 g	500 g	1 kg	2 kg
10 µm Pursuit XRs-Si	A6004100g	A6004500g	A600401kg	A600402kg

