

SFC

Druckstabilität

von YMC-Actus

Semipräparativen Säulen



Inhalt

1. Einleitung	Seite 3
2. Testsäule	Seite 3
3. Zusammenfassung	Seite 3
4. Aufbau des Tests	Seite 4
5. Ergebnisse	Seite 4
5.1. Chromatographische Bedingungen für wiederholte Injektionen	Seite 4
5.2. Chromatographische Bedingungen für den Standardtest	Seite 4
5.3. Säulenperformancetest	Seite 5
5.4. Visuelle inspektion nach der Säulenevaluation	Seite 8
6. Schlussfolgerungen	Seite 9

1. Einleitung

Von Kunden wurde von reduzierter Stabilität chiraler und achiraler 50 mm ID SFC-Säulen verschiedener Anbieter berichtet. Unter SFC-Bedingungen wurde beobachtet, dass die Säuleneinlassfritte nach 500 oder sogar weniger chromatographischen Läufen typischerweise deformiert wird. In Folge dessen tritt Silika entlang der Fritte aus.

Um die Haltbarkeit von YMC-Säulen unter SFC-Bedingungen zu bestätigen, wurde folgendes durchgeführt:

- Drucktest unter LC-Bedingungen für 80 Stunden beim maximal zulässigen Säulendruck (240 ml/min, 200 bar)
- SFC-Drucktest über 1.000 Injektionen mit Performancetests alle 100 Injektionen unter regelmäßigem Säulengebrauch.

2. Testsäule

YMC-Actus SIL (Silica), 12 nm, 5 µm, 250 x 50 mm
SL12S05-2553AX

3. Zusammenfassung

Um die Säulenstabilität unter den vom Kunden normalerweise verwendeten SFC-Bedingungen zu untersuchen, wurde nicht nur ein Druck von 120 bar am Säulenkopf angelegt. Außerdem wurden 1.000 Injektionen jede Minute mit einem Druckabfall von 40 bar durchgeführt. Die Säulenperformance wurde alle 100 Injektionen getestet.

Die Einlassfritte war grundsätzlich unter SFC-Bedingungen (195 mL/min, 120 bar am Säulenkopf) stabil. Die Säule behielt die initiale Performance über die gesamte Studie hinweg.

Diese Ergebnisse demonstrieren, dass die Säule nicht nur im LC-Modus (entsprechend 480-2400 Injektionen mit 10 oder 2 min Läufen), sondern auch im SFC-Modus langzeitstabil ist.

4. Aufbau des Test

- Initialer Säulenperformancetest
 - ↳ Wiederholte Injektionen (1.000 Injektionen)
 - ↳ Säulenperformancetests (jede 100. Injektion)
 - ↳ Finaler Test der Performance
 - ↳ Untersuchung der Einlassfritte

5. Ergebnisse

5.1. Chromatographische Bedingungen für wiederholte Injektionen

Tabelle 1: Chromatographische Bedingungen

Mobile Phase	CO ₂ / Methanol (135 / 60)
Flussrate	195 mL/min
Druck	120 bar (am Säulenkopf)
Detektion	254 nm
Temperatur	30°C
Rückdruck	100 bar
Probe	Methanol
Injektionsvolumen	1 mL (Injektion jede min)

5.2. Chromatographische Bedingungen für den Standardtest

Tabelle 2: Chromatographische Bedingungen

Mobile Phase	CO ₂ / Methanol (135 / 60)
Flussrate	195 mL/min
Druck	120 bar (am Säulenkopf)
Detektion	254 nm
Temperatur	30°C
Rückdruck	100 bar
Probe	1. Toluol (5 µL/mL), 2. Coffein (500 µg/mL)
Injektionsvolumen	1 mL
Druckabfall	40 bar

5.3. Säulenperformancetest

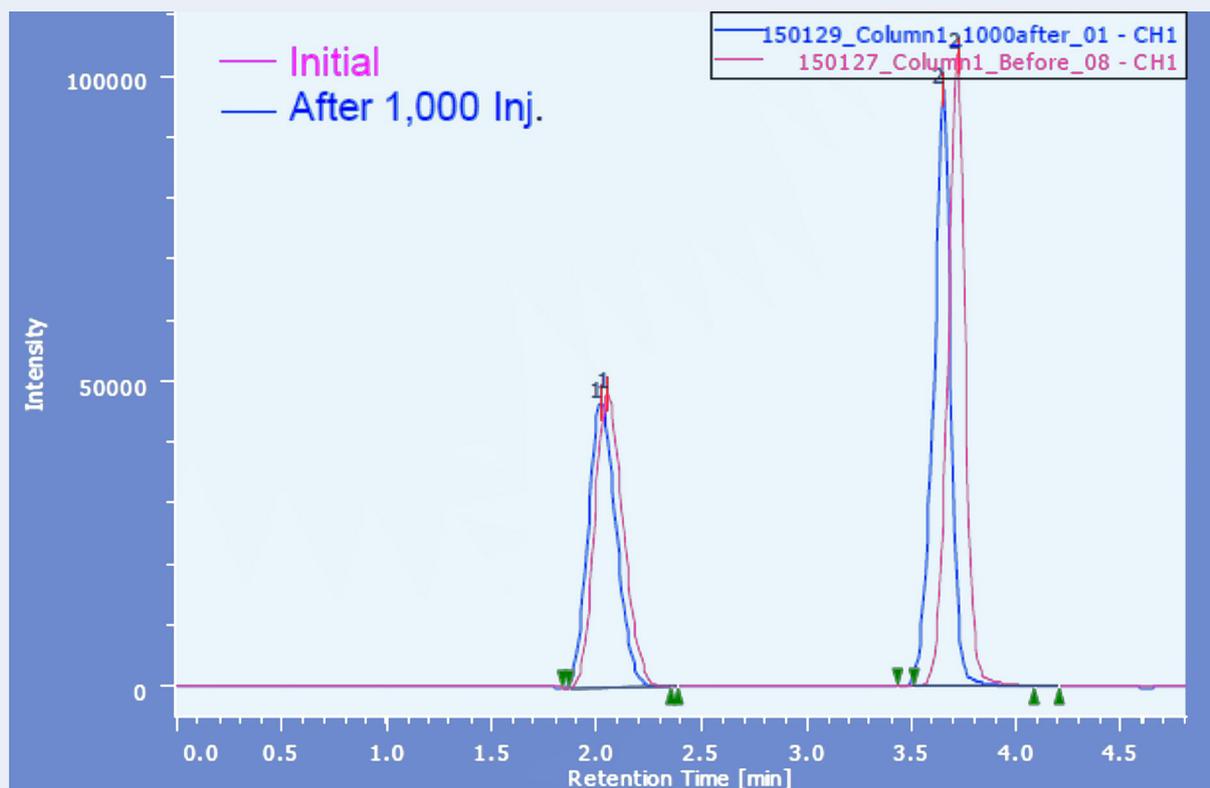


Abb. 1: Initiales Testchromatogram und nach 1.000 Injektionen

Keine signifikante Performanceänderung konnte nach 1.000 Injektionen (entsprechend 17 h, Abb. 1) festgestellt werden. Des Weiteren, konnten keine signifikanten Änderungen der Retentionszeit, theoretischen Bödenzahl und des Tailingfaktors über den gesamten Testzeitraum festgestellt werden (Abb. 2-4).

YMC-Actus
SFC Semi Präp.
Säulenhardware

**SFC Druckstabilität von
YMC-Actus Semipräp. Säulen**

Datum: 10.08.2015

Autor: Daniel Eßer

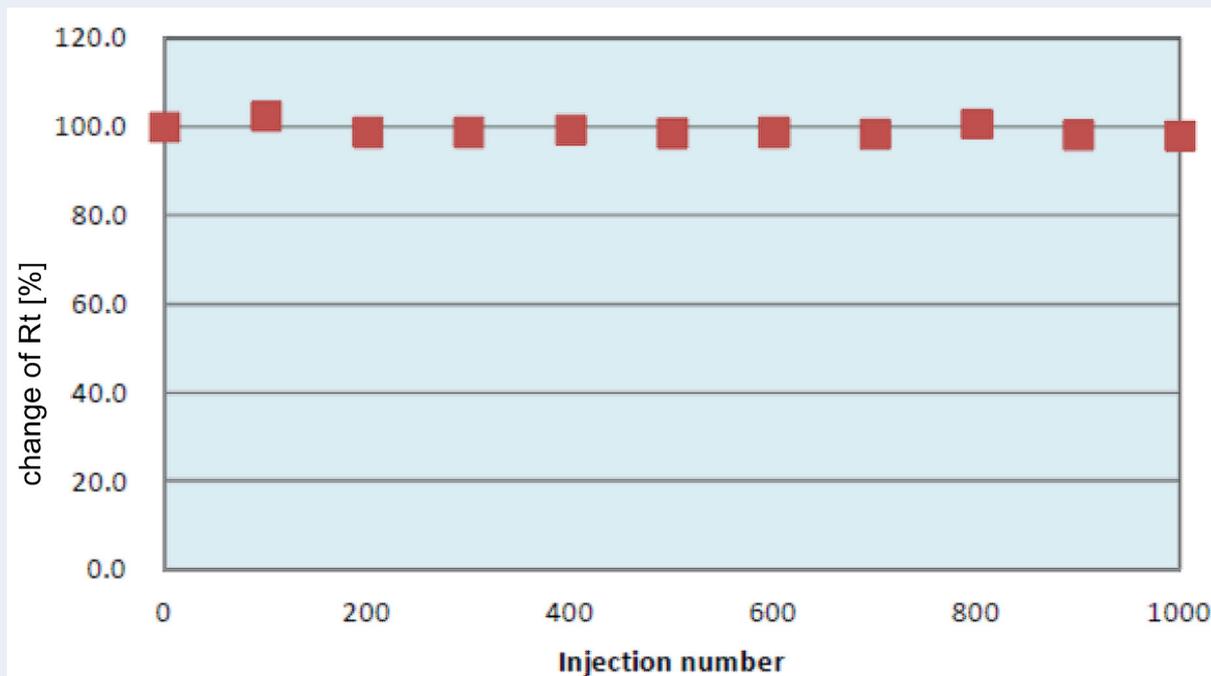


Abb. 2: Retentionszeit

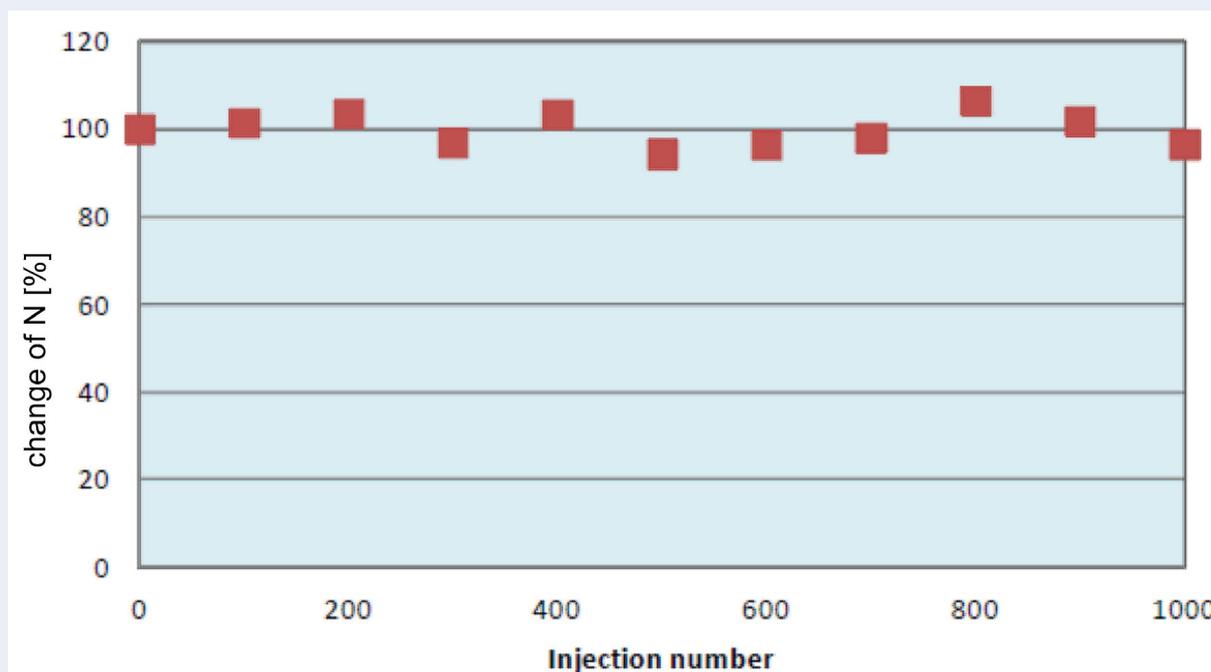


Abb. 3: Theoretische Böden

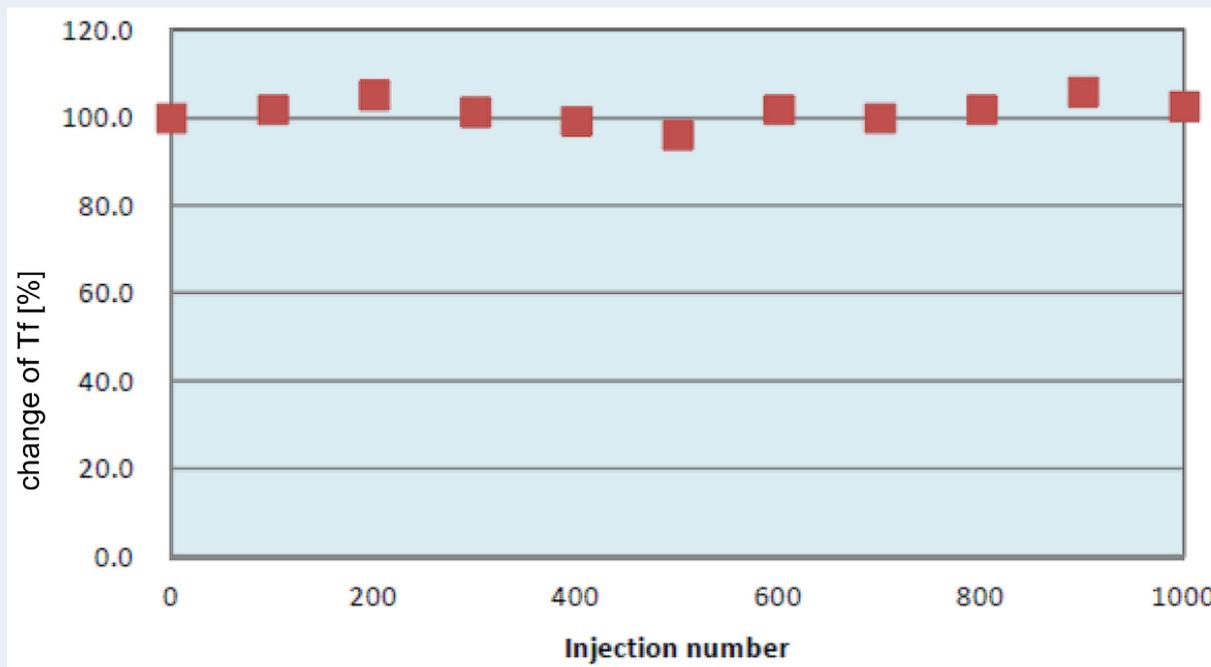


Abb. 4: Tailingfaktor

Der Druck am Säulenkopf betrug 120 bar über den gesamten Test. Daher betrug der Gesamtdruck 210 bar. Bei jeder Injektion fiel der Druck um 40 bar.

5.4. Visuelle Inspektion nach der Säulenevaluation



Abb. 5: Geöffnete Säule mit Einlassfritte nach 1.000 Injektionen

Beim Öffnen der Säule nach 1.000 Injektionen, konnte weder eine Verformung der Einlassfritte noch ein Austreten des Gels beobachtet werden.

6. Schlussfolgerungen

LC-Modus

- ✓ Eine YMC-Actus semipräparative Säule wurde zuerst beim zulässigen Maximaldruck über 80 Stunden untersucht.
- ✓ Die Einlassfritte blieb bei 240 mL/min und 200 bar stabil.
- ✓ Keine Änderung in der Säulenperformance konnte festgestellt werden.

SFC-Modus

- ✓ Eine zweite Evaluation unter SFC-Bedingungen wurde über 1.000 Injektionen mit Säulenperformancetests jede 100. Injektion durchgeführt.
- ✓ Die Säule verhielt sich über den gesamten Test bei einer Flussrate von 195 mL/min und einem Druck von 120 bar (am Säulenkopf) vollkommen reproduzierbar.
- ✓ Die Einlassfritte zeigte keine Veränderungen, es konnte kein Silikaaustritt festgestellt werden.

➔ **Stabilität und reproduzierbare Performance der YMC-Actus-Hardware für SFC-Applikationen ist damit bestätigt.**