

MERCK РЕШЕНИЯ ДЛЯ ВЭЖХИ ТСХ

Любовь Олиферова 9 января 2017

Liubov Oliferova



- Position: Field Marketing Specialist Chromo EE&Russia+
- Time at Merck: since March 11, 2013.
- Education Background:
 - 1998-2003 Moscow State University, Chemistry;
 - 2006 PhD, Analytical Chemistry;
 - 2011-2012 Peoples' Friendship University of Russia, Pharmaceutical Chemistry and Pharmacognosy.
- Experience:
 - 2009 Drug Expertise Centre, Head of the Chromatographic Laboratory.
 - Experience in Merck:
 - 2013 Product Manager, Merck Chemicals, Lab Solutions;
 - 2014 FieldApplic spec Chrom, Solvents Rus&CIS;
 - 2016 Field Marketing Specialist Chromo EE&Russia+.



Merck - решения для ВЭЖХ и ТСХ

• Ультра/высокоэффективная жидкостная хроматорграфия (U/HPLC)

- Суперсовременные колонки
- Классические колонки
- Колонки специального назначения

• Тонкослойная хроматография

- Классификация пластинок для ТСХ
- Приспособления для проведения ТСХ анализа

• Пробоподготовка

- Твердофазная экстракция (SPE) off-line и on-line
- Твердофазная микроэкстракция (SPME)
- Жидкость-жидкостная экстракция (LLE)

• Газовая хроматография

- Набивные колонки и сорбенты для набивки
- Капиллярные колонки



Ультра/высокоэффективная жидкостная хроматорграфия (U/HPLC)

Суперсовременные колонки

Монолит: Chromolith и Chromolith HR

Fused-Core: Ascentis Express 2, 2.7, 5 μm; BIOshell 2.7, 3.4, 5 μm

UPLC: Titan 1.9 μm, Purospher 2 μm, Ascentis Express 2 μm

HILIC: SeQuant 3, 3.5, 5 μm

Классика проверенная временем

Discovery, Supelcosil, LiChrospher, Superspher, LiChrosorb, Aluspher, TSK-GEL

Колонки специального назначения

Хиральные: Astec, ChiraDex

Афинные: Tosoh

Для определения ПАУ: LiChrospher PAH, LC-PAH

Для определения нуклеозидов и нуклеотидов: LC-18-S, LC-18-T

С возможностью непосредственного введения сыворотки крови: Hisep SHP



Сорбенты Марк по классификации USP

L1 AscentisR C18, AscentisR Express C18, DiscoveryR C18, DiscoveryR HS F5, DiscoveryR BIO Wide Pore C18, SUPELCOSIL™ LC- L20 KromasilR Diol, SUPELCOSIL™ LC-Diol, ChromolithR DIOL, 18, SUPELCOSIL™ LC-18-DB, SUPELCOSIL™ LC-318, ChromolithR HighResolution RP-18 endcapped, ChromolithR RP-18 endcapped, LiChrosorbR RP-18, LiChrospherR PAH, LiChrospherR 100 RP-18, PurospherR RP-18, PurospherR RP-18 endcapped, PurospherR STAR RP-18 endcapped

L3 AscentisR Express HILIC, AscentisR Si, SUPELCOSIL™ LC-Si, SUPELCOSIL™ LC-3Si, ChromolithR Si, LiChrosorbR Si 60, LiChrospherR Si 60, LiChrospherR Si 100, PurospherR STAR Si L7 AscentisR C8, AscentisR Express C8, DiscoveryR C8, DiscoveryR BIO Wide Pore C8, SUPELCOSIL™ LC-8, SUPELCOSIL™ LC-8-DB, SUPELCOSIL™ LC-308, ChromolithR HighResolution RP-8 endcapped, ChromolithR RP-8 endcapped, LiChrosorbR RP-8, LiChrosorbR RPselect B, LiChrospherR RP-8, LiChrospherR 60 RP-select B, PurospherR L45 Astec™ CYCLOBONDR I, 2000 Series, ChiraDexR STAR RP-8 endcapped

L8 SUPELCOSIL™ LC-NH2, SUPELCOSIL™ LC-NH2-NP, ChromolithR NH2, LiChrospherR 100 NH2, PurospherR STAR NH2

L9 SUPELCOSIL™ LC-SCX

L10 AscentisR ES Cyano, DiscoveryR Cyano, SUPELCOSIL™ LC-CN, SUPELCOSIL™ LC-PCN, ChromolithR CN, LiChrosorbR CN (5 µm), LiChrospherR 100 CN,

L11 AscentisR Phenyl, AscentisR Express Phenyl-Hexyl, SUPELCOSIL™ RP-AmideC16, SUPELCOSIL™ ABZ+PLUS, SUPELCOSIL™ LC-ABZ LC-DP, SUPELCOSIL™ LC-3DP, ChromolithR Phenyl, PurospherR Phenyl **L63** Astec™ CHIROBIOTICR T, Astec™ CHIROBIOTICR T2, Astec™

L13 SUPELCOSIL™ LC-1

L14 SUPELCOSIL™ SAX1

L17 SUPELCOGEL™ C-610H, SUPELCOGEL™ H

L19 SUPELCOGEL™ Ca

LiChrosorbR DIOL, LiChrospherR 100 DIOL

L21 PRP-1

L22 PRP-X200, PRP-X300, SUPELCOGEL™ C-160H, SUPELCOGEL™ H

L23 DiscoveryR BIO PolyMA-WAX

L26 SUPELCOSIL™ LC-304

L27 DiscoveryR DSC-Si, Supelclean™ LC-Si, Pelliguard™ LC-Si

L29 AluspherR RP-select B

L32 Astec[™] CLC-D, Astec[™] CLC-L

L34 SUPELCOGEL™ Pb

L40 Astec[™] Cellulose DMP, KromasilR CelluCoatR

L41 Chiral-AGP

L43 AscentisR Express F5, DiscoveryR HS F5

L47 PRP-X100

L49 DiscoveryR Zr-PBD

L52 SUPELCOSIL™ LC-SCX

L59 DiscoveryR BIO GFC 100, DiscoveryR BIO GFC 150, DiscoveryR BIO GFC 300, DiscoveryR BIO GFC 500, DiscoveryR BIO GFC 1000, DiscoveryR BIO GFC 2000

L60 AscentisR RP-Amide, AscentisR Express RP-Amide, DiscoveryR

CHIROBIOTICR TAG

L67 apHera[™] C18

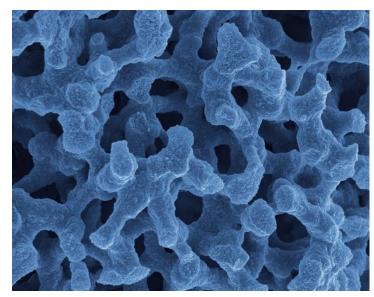
L68 Suplex pKb-100



Chromolith® или Chromolith® HighResolution

Преимущества монолитных колонок:

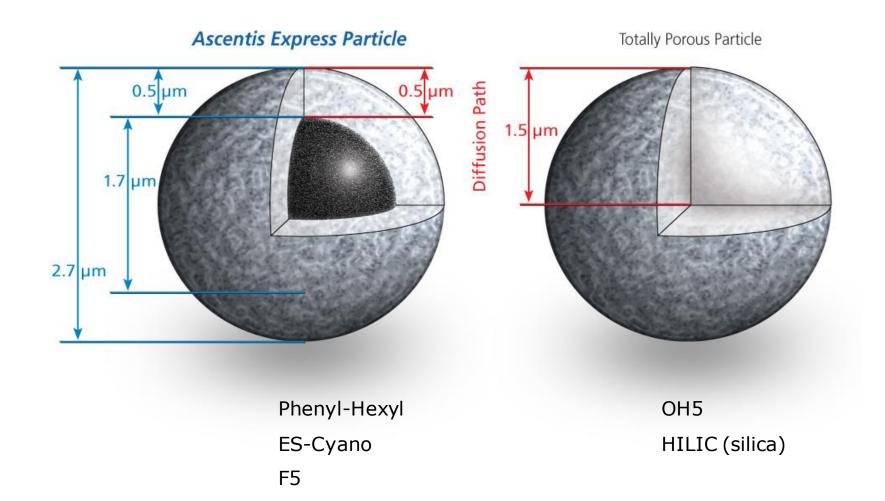
- колонки Chromolith® демонстрируют высокую эффективность при существенно низком давлении по сравнению с колонками наполненными частицами.
- по химическому составу идентичен силикагелевым частицам высокой степени чистоты, обеспечивает высокую симметрию пиков
- относительно пологие кривые Ван-Деемтера позволяют ускорить разделение без значительной потери эффективности
- время жизни колонки дольше в сравнении с колонками наполненными частицами благодаря жесткой бимодальной пористой структуре: мезопоры: 13, 15 нм, макропоры: 1.15-1.5-2 мкм
- можно и нужно промывать в противотоке
- терпимость к загрязненным образцам, возможен ЛС-МС анализ действующих веществ и их метаболитов в плазме крови без пробоподготовки
- широкая линейка модификаций (HR RP-18e, HR RP-8e, RP-18e, Si, RP-8e, NH2, CN, DIOL, Phenyl)







Fused-Core: Ascentis Express





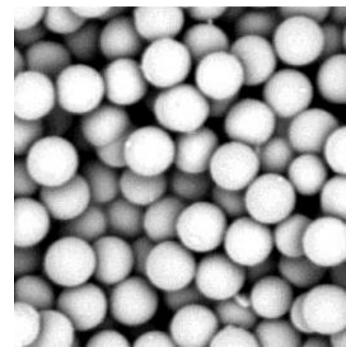
C18

C8

RP-Amide

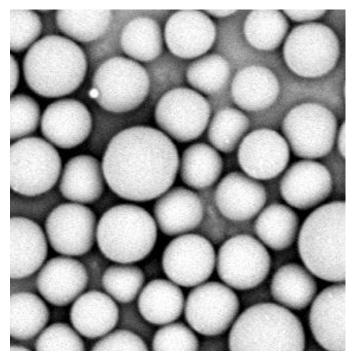
Монодисперсный силикагель: Titan

Titan 1.9µm

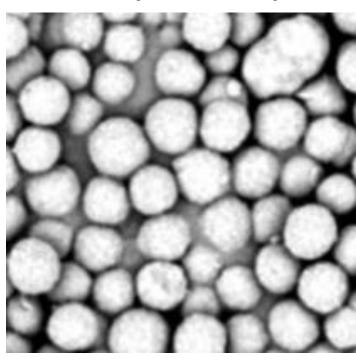


Разброс по размерам RSD 6%

Competitor A 1.8 µm



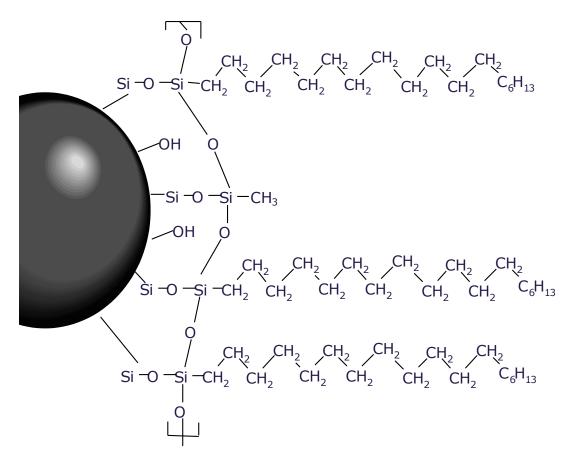
Competitor B 1.7 µm



Разброс по размерам 20-25%



Purospher® STAR



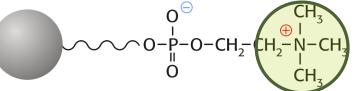
Полимерная сшивка

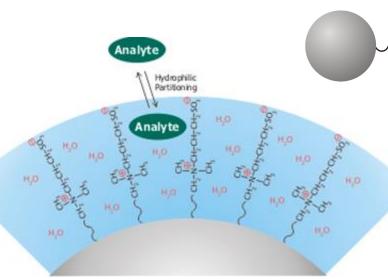
- Высокочистая силикагелевая матрица ВЭЖХ сорбента, идеальная симметрия пиков даже для склонных к образованию комплексов соединений
- Стабильность в широком диапазоне рН 1.5-10.5
- Возможность работать с водой в качестве ПФ
- Прочная сшивка привитой фазы позволяет работать с МС детекторами
- Высокая эффективность разделения
- Наиболее подходящий сорбент для нужд фармацевтического анализа
- Отличная воспроизводимость свойств колонок от партии к партии, благодаря смешиванию нескольких партий сорбента

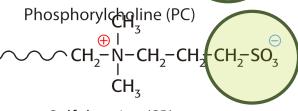


SeQuant® ZIC®-HILIC

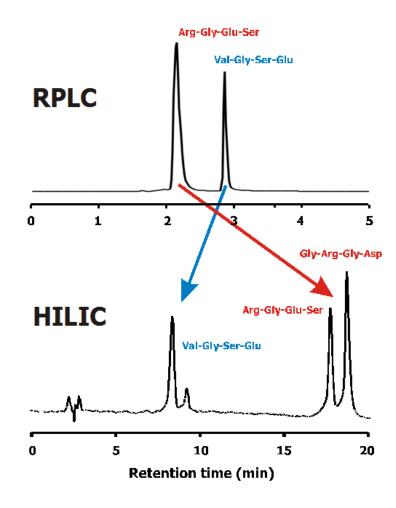
- Улучшенное разделение гидрофильных полярных соединений
- Селективность комплиментарная по отношению к обращенной фазе
- Оптимально для ВЭЖХ и ЖХ-МС
- Простая разработка методики
- Превосходная стабильность





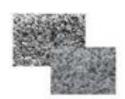








Пластины для ТСХ



Наличие и тип связующего

полимер (органический) неорганический ГИПС без связующего



Материал подложки

стекло алюминий Пластик



модифицированная **РЕІ**)

Размер и форма частиц:

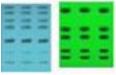
Классическая ТСХ 5 - 20 мкм,

ВЭТСХ 4 - 8 мкм,

Тип сорбента

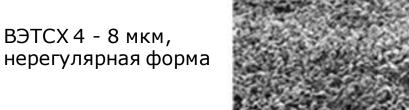
оксид алюминия

Полиамид



Наличие и тип флюоресцентного индикатора нерегулярная форма

F₂₅₄:зеленый F_{254s}:синий F₃₆₆:синий



силикагель (немодифицированный, нано, RP-2, RP-8, RP-18, RP-18, хиральный, NH2, Diol, CN)

целлюлоза (волокна и микрокристаллическая,

Геометрические размеры пластинки, см

 20×20 , 10×20 , $5 \times 10 \dots 5 \times 7,5$, $2,5 \times 7,5$

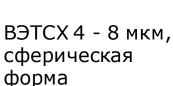


Толщина слоя сорбента

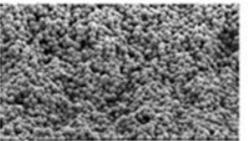
TCX: 250 мкм

ВЭТСХ: 100, 150 и 200 мкм

ПТСХ: 0,5 - 2 мм





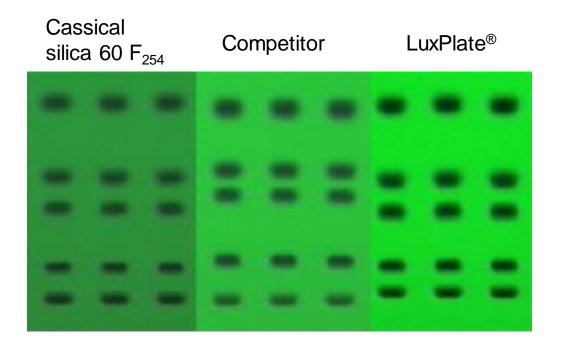






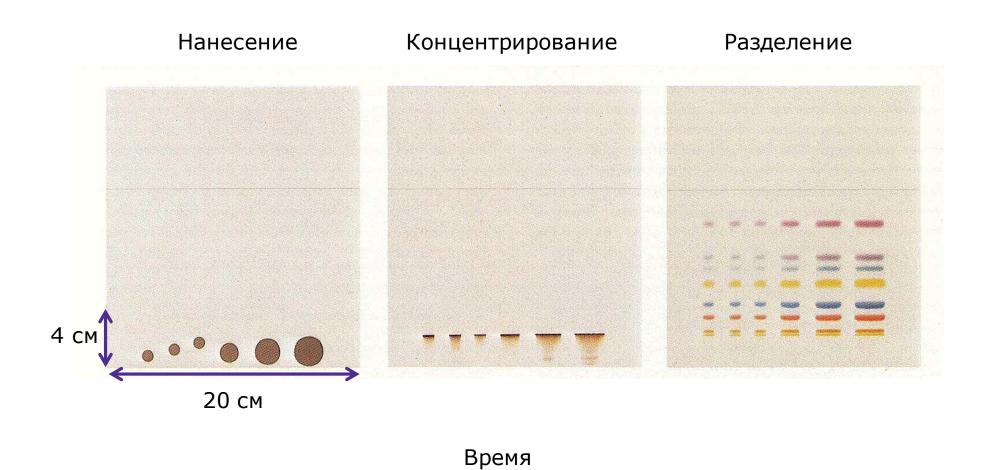
Специальный продукт - LuxPlate®

- Высокое содержание флюоресцентного индикатора для лучщего контрастирования на ярком и светлом фоне
- Высокая прочность слоя сорбента, за счет повышенного содержания связующего
- Сопоставимые параметры удерживания легко перейти с обычных пластинок





Пластины с концентрирующей зоной





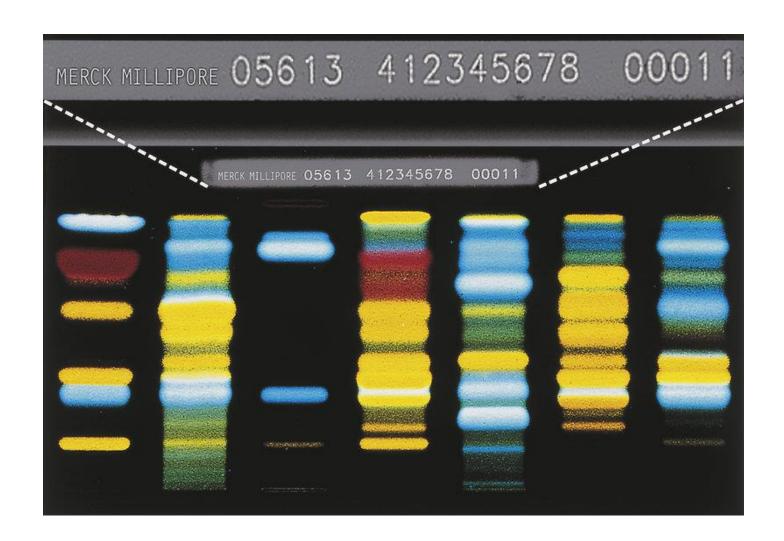
Мультиформатные пластины

С бороздками для удобного разламывания вручную





GLP пластины с индивидуальным лазерным кодом



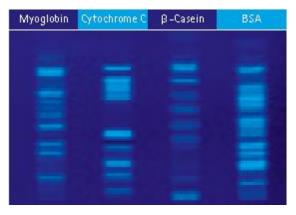


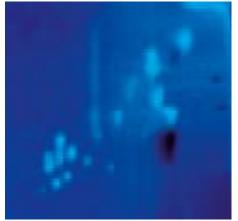
ProteoChrom® ВЭТСХ пластины для анализа пептидов

Наборы ProteoChrom®

- Очень тонкие и гладкие пластины
- Робастные, устойчивые в воде пластины
- Включают легко воспроизводимые, оптимизированные методики

ProteoChrom®	Сорбент	Размер	Слой	Подложка	Особенности
1.05650 ВЭТСХ Силикагель F _{254s}	Высоко- эффективны й силикагель	20 x 10	100 мкм	стекло	Специальное связующее 1-но мерная ТСХ
1.05651 ВЭТСХ Целлюлоза	Высоко- эффективная целлюлоза	10 x 10	100 мкм	алюминий	Высокая плотность слоя 2-х мерная ТСХ





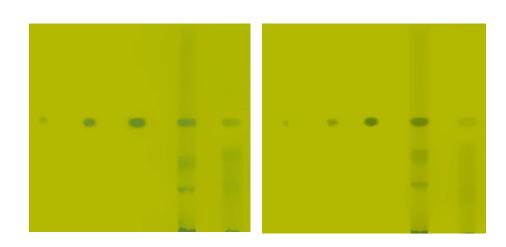


Полностью соответствуе требованиям международных фармакопей (Ph Eur, USP, ...)

- Порядка 200 методов Ph Eur
- Пластины 60G дополнительно проверяются по специальной методике прописанной в
 Ph Eur
- В USP нет различия между ТСХ пластинами с гипсом или органическим связующим
- Классические пластины Мерк также соответствуют требованиям Ph Eur

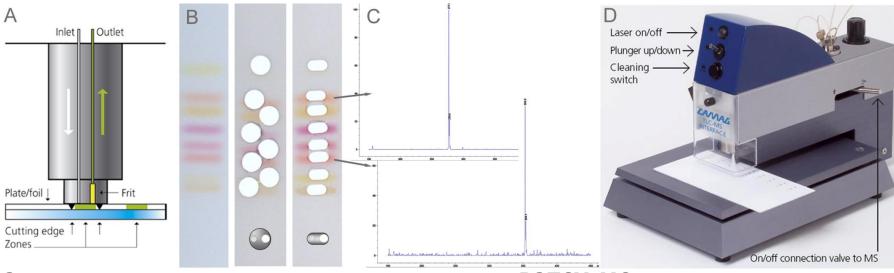
TLC silica gel 60G F254 20 x 20 25 шт стекло **1.00390.0001**

TLC silica gel 60G 20 x 20 25 шт стекло **1.00384.0001**





Пластины для ТСХ/МС



Элюирование специальным инструментом для ВЭТСХ-МС:

- (А) Схема потоков растворителя внутри элюирующей головки
- (В) Смытые зоны после элюирования в форме круга 4 мм или овала 2 х 4 мм
- (С) Масспектры соответсвующих пятен;
- (D) Оборудование фирмы CAMAG для элюирования отдельных пятен



Приспособления для ТСХ и реагенты

Нанесение проб и элюирование

- шприцы
- микрокапилляры
- камеры

Визуализация

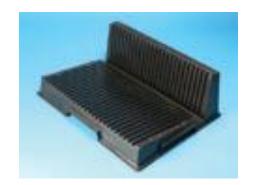
- УФ лампы и камеры
- спрееры, электрические и ручные
- реагенты

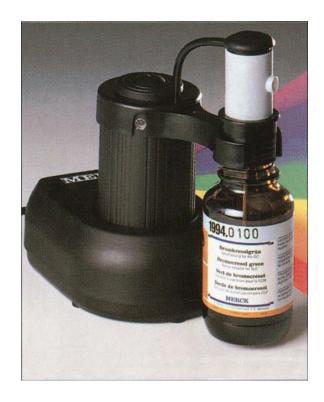
Обработка и хранение

- резаки, шпатели
- подставки для сушки и хранения
- эксикаторы











Пробоподготовка

• Твердофазная экстракция (SPE) off-line и on-line Discovery, Supelclean, LiChrolut, LiChrospher ADS. ZipTip, QuEChERS





Твердофазная микроэкстракция (SPME) для ГХ и ВЭЖХ

• Жидкость-жидкостная экстракция (LLE) EXtrelut





Твердофазная экстракция (SPE) off-line







Выбор сорбента: Online руководство



Your Sample Matrix is:	Aqueous (biological fluids, water, aqueous extracts of tissues, etc.)					Organic (organic extracts of tissues, hexane, dichloromethane, etc.)			
Recommended Retention Mechanism:	Reversed-Phase			lon-Exchar	ige		Normal Phase		
Analyte Characteristics:	Moderately polar to non-polar compounds		Weak cations / anions		Strong cations / anions		Polar to moderately polar compounds		
Application	Pharma.	Environ./Food	Pharma.	Environ./Food	Pharma.	Environ./Food	Pharma.	Environ./Food	
Recommended SPE Phase:	DSC-18 DSC-18Lt DSC-8 DSC-Ph DSC-CN DPA-6S Supel- Select HLB	ENVI™-18 ENVI-8 ENVI-Chrom P LC-18 LC-8 LC-Ph LC-CN Supel- Select HLB	DSC-SAX DSC-SCX Supel- Select SAX Supel- Select SCX	LC-SAX LC-SCX Supel- Select SAX Supel- Select SCX	DSC- WCX DSC-NH ₂	LC-WCX LC-NH ₂ PSA	DSC-Si DSC-CN DSC-Diol DSC-NH ₂	ENVI-Florisil® LC-Alumina LC-Florisil LC-Si LC-NH ₂ LC-Diol LC-CN PSA	



QuEChERS





- QuEChERS: Quick, Easy, Cheap, Efficient, Rugged, and Safe
- Специальный тип SPE для выделения пестицидов из продуктов питания и других продуктов сельского хозяйства.
- Пестицыды экстрагируют из продуктов питания и/или других сельскохозяйственных образцов в мешивающийся с водой растворитель (например, ацетонитрил) в присутствии большого количества солей для индуцирования разделения в жидкой фазе и стабилизации неустойчивых пестицидов.
- После встряхивания и центрифугирования отбирается чать органицеского слоя и подвергается SPE со смесью сорбентов.
 - Ключеевое отличие: не используются картриджи наполненные сорбентом, а вместо этого применяется пробирка со специальной сыпучей смесью.



Наконечники для пипеток ZipTip®

ZipTip c 0.6 мкл strong cation resin ZTSCXS096

ZipTip c 0.6 мкл metal chelate resin ZT0MCS024

ZipTip c 0.6 мкл C18 resin ZTC18S960

ZipTip c 0.2 мкл C18 resin ZTC18M096

ZipTip c 0.6 мкл C4 resin ZTC04S008

Для образцов, содержащих белки.

Объем наконечников 10 мкл.

Объем сорбента:

0.6 мкл, элюирование 1-4 мкл,

0.2 мкл, элюирование < 1 мкл.





Твердофазная экстракция (SPE) on-line

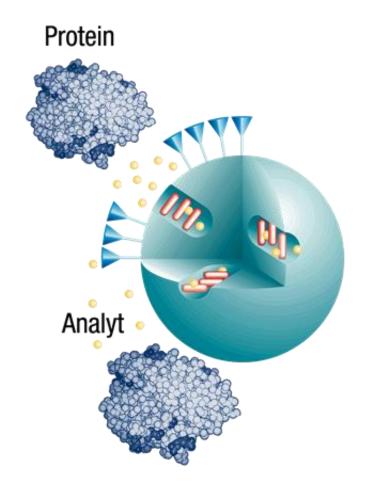
LiChrospher® ADS

Alkyl Diol Silica - для пробоподговки интегрированной в цикл ВЭЖХ анализа

- Полностью автоматизированная пробоподготовка
- Не требуется проводить очистку вручную
- Безопасное обращение с опасными образцами
- Картриджи наполнены силикагелевыми частицами с двумя отличающимися по природе поверхностями:

гидрофильной наружной гидрофобной внутренней

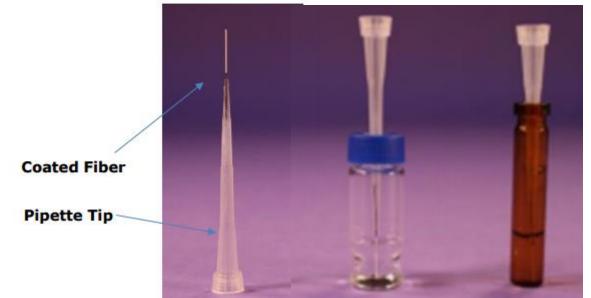


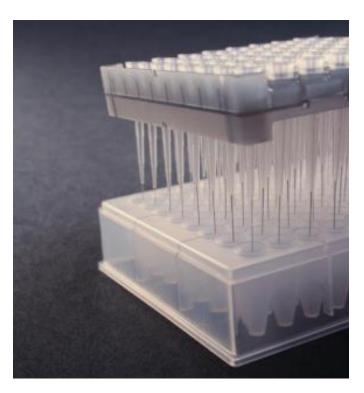




Твердофазная микроэкстракция (SPME) применяется для ГХ и ВЭЖХ

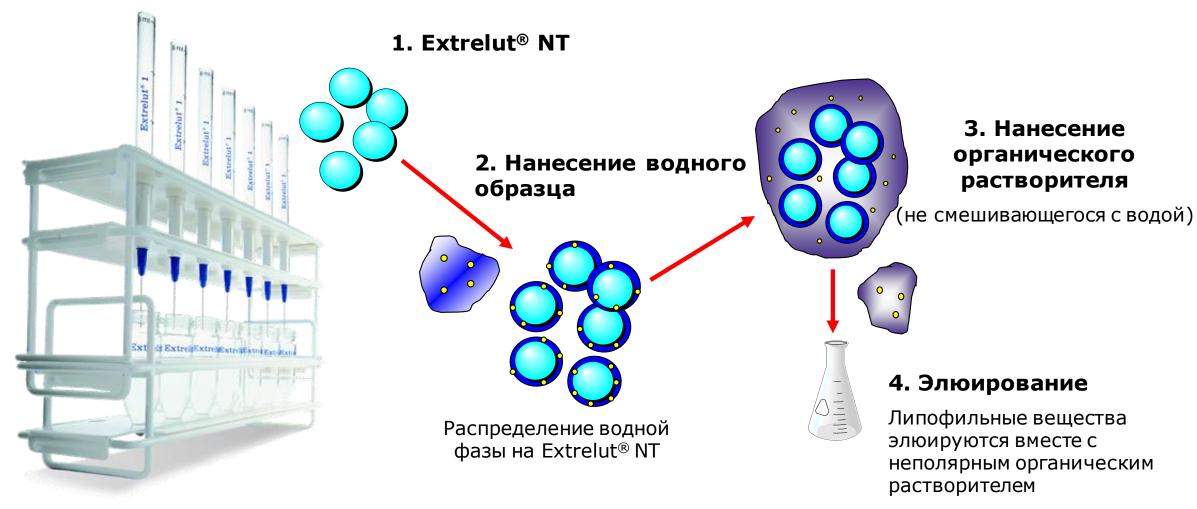








Жидкость-жидкостная экстракция с картри Extrelut





Газовая хроматография

Supelco лидер рынка набивных ГХ колонок

Полная линейка ГХ колонок для всех видов применений (также и для Fast GC и GCxGC): более 80 различных фаз\, в том числе хиральных

Современные разработка: ГХ колонка на основе ионной жидкости







Техническая поддержка

- ✓ Каталоги и брошюры
- ✓ Программа для планшетов
- ✓ Консультации специалистов Мерк



