

Testmethode

Probenvorbereitung

- A.) Die Tensidlösung, 0,002 % Triton X-100, wurde zur Vorbereitung von 0,05 % Latexsuspension (0,3 µm und 0,5 µm) verwendet.
- B.) Eine Latexsuspension (0,3 µm) wurde für den Standzeittest von Sub-2-µm-Säulen (mit Partikeln unter 2 µm) verwendet. Unfiltrierte und mit 0,2-µm-Filtern filtrierte Proben wurden für die Vergleiche der Auswirkungen auf die Standzeit von sub-2-µm-Säulen benutzt.
- C.) Humanplasmaextrakt wurde für den Lebensdauertest von sub-2-µm-Säulen verwendet. Unfiltrierter, zentrifugierter und filtrierter Proben (mit 0,2-µm-Filtern) wurden für die Vergleiche der Auswirkungen auf die Standzeit von sub-2-µm-Säulen benutzt. Die Probe wurde gemäß unten aufgeführtem Ablauf vorbereitet.
- 2 mL Humanplasma wurden in ein Teströhrchen aliquotiert.
 - 10 mL Acetonitril mit 1 % Essigsäure wurde hinzugegeben.
 - Die Probe wurde gründlich gevortext und bei 4000 U/min für 5 min zentrifugiert.
 - Der Überstand wurde in ein sauberes Teströhrchen übertragen.
 - Der Überstand wurde mit N₂ bei 37 °C getrocknet.
 - Die getrocknete Probe wurde in MeOH/H₂O (10:90) rekonstituiert, im Vortexer gemischt und mit Ultraschall behandelt.

Filtration

Die Testlösung passierte jeden einzelnen Spritzenfilter; 1 mL Filtrat wurde in einem 2-mL-Probenfläschchen für einen HPLC-Durchlauf gesammelt.

UHPLC (Tests der Lebensdauer von sub-2- µm-Säulen)

Säule: Agilent Zorbax Eclipse Plus C18 RRHD-Säule, 2,1 x 50 mm, 1,8 µm, Best.-Nr. 959757-902

Die Säule wurde vom Detektor getrennt, lief aber zwecks Entleerung weiter.

Mobile Phase: Acetonitril:Wasser (35:65, v/v)

Durchflussrate: 0,4 mL/min, isokratisch

Injektionen: 10 µL pro Injektion, 1 Injektion pro Minute

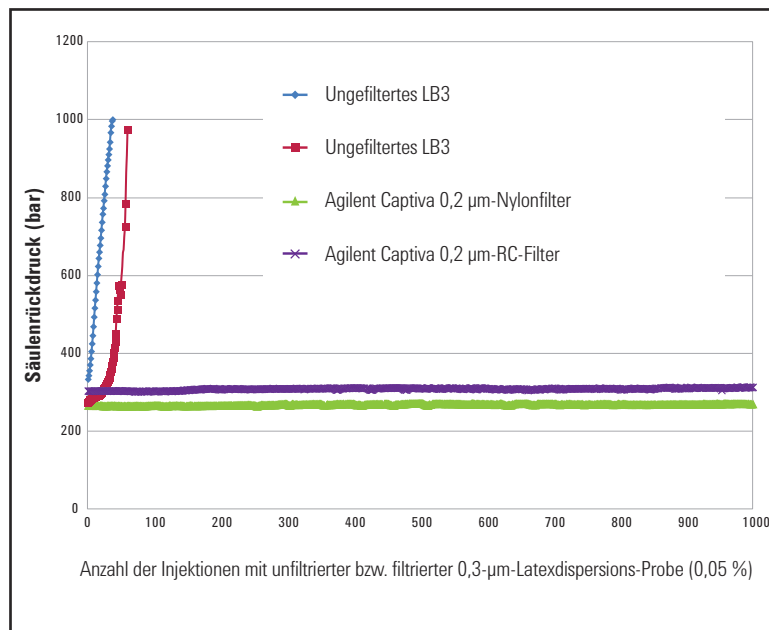
Überwachung: Der Säulenrückdruck wurde mit der Anzahl Injektionen aufgezeichnet.

Säulenversagen: Überschreiten des Säulenrückdrucks von 1000 bar.

Sequenz: In der Regel wurde eine Sequenz mit 1000 Injektionen durchgeführt, es sei denn, die Säule versagte während der Sequenz aufgrund von Überdruck. Für jede einzelne Sequenz wurde eine neue Säule verwendet.

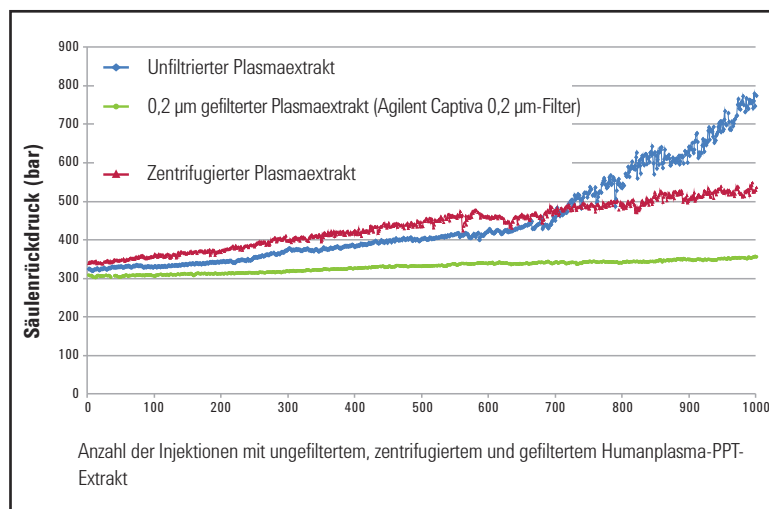
Ergebnisse: Auswirkungen der Filtration auf die Standzeit von sub-2-µm-Säule A mit 0,3 µm Latexsuspension

Auswirkungen der Filtration auf die Standzeit von sub-2-µm-Säulen



Ergebnisse: Auswirkungen der Filtration auf die Standzeit von sub-2-µm Säule B mit Humanplasma-PPT-Extrakt

Auswirkungen der Filtration auf die Standzeit von sub-2-µm-Säulen



Schlussfolgerung

Filtration der Proben vor Injektion in ein HPLC-System führt nachweislich zu einem signifikanten Anstieg der Säulenstandzeit.