ALTO DESEMPENHO EM FASES DE SEPARAÇÃO

HPLC | UHPLC | LC/MS | Flash

VDS optilab
Chromatographie
Technik GmbH

Use a better column

VDSpher®



- Análises de rotina
- Separação de substâncias polares
- Análises especiais de IONs
- Análise ultra rápida
- 100% compatível a fase aquosa
- Análise de biomoléculas
- Compatibilidade com LC / MS
- Purificação de substâncias
- Custo benefício

Use a better column

VDSpher®



- Alto grau de pureza
- Ampla variedade de fases de separação
- Excelente reprodutibilidade entre lotes distintos
- Diversos tamanhos de partículas
- Alta qualidade ligante e de »endcapping«

Colunas Cromatográficas Fabricadas em Berlim

Desde 1987 a VDS optilab produz colunas cromatográficas de diversos tamanhos e com grande variedade de fases disponíveis. A alta qualidade de nossos produtos impressiona clientes de todas as áreas de pesquisa e desenvolvimento e controle de qualidade, desde universidades a autoridades reguladoras até empresas de pequeno, médio e grande porte da industria química e farmacêutica. Graças a fusão entre **Muder** e **Wochele GmbH** em 2002, os clientes VDS passaram a lucrar com o conhecimento e experiência de ambas as empresas. Como resultado, passamos a desenvolver nossas próprias fases baseadas em sílica gel esférica e apresentada em 2007 sob a marca VDSpher.
Após este importante lançamento, a VDS Optilab mantém o contínuo desenvolvimento da linha de produtos, oferecendo uma ampla gama de tamanhos de poros e diâmetros de partículas, bem como suas modificações usadas com sucesso em fase normal e reversa, HILIC e cromatografia de troca iônica. Nossos produtos atendem desde a fase analítica até a escala semi-preparativa.
VDSpher, desenvolvida para usuários que preferem análises simplificadas e rápida. Conheça nossa linha de fases de separação:

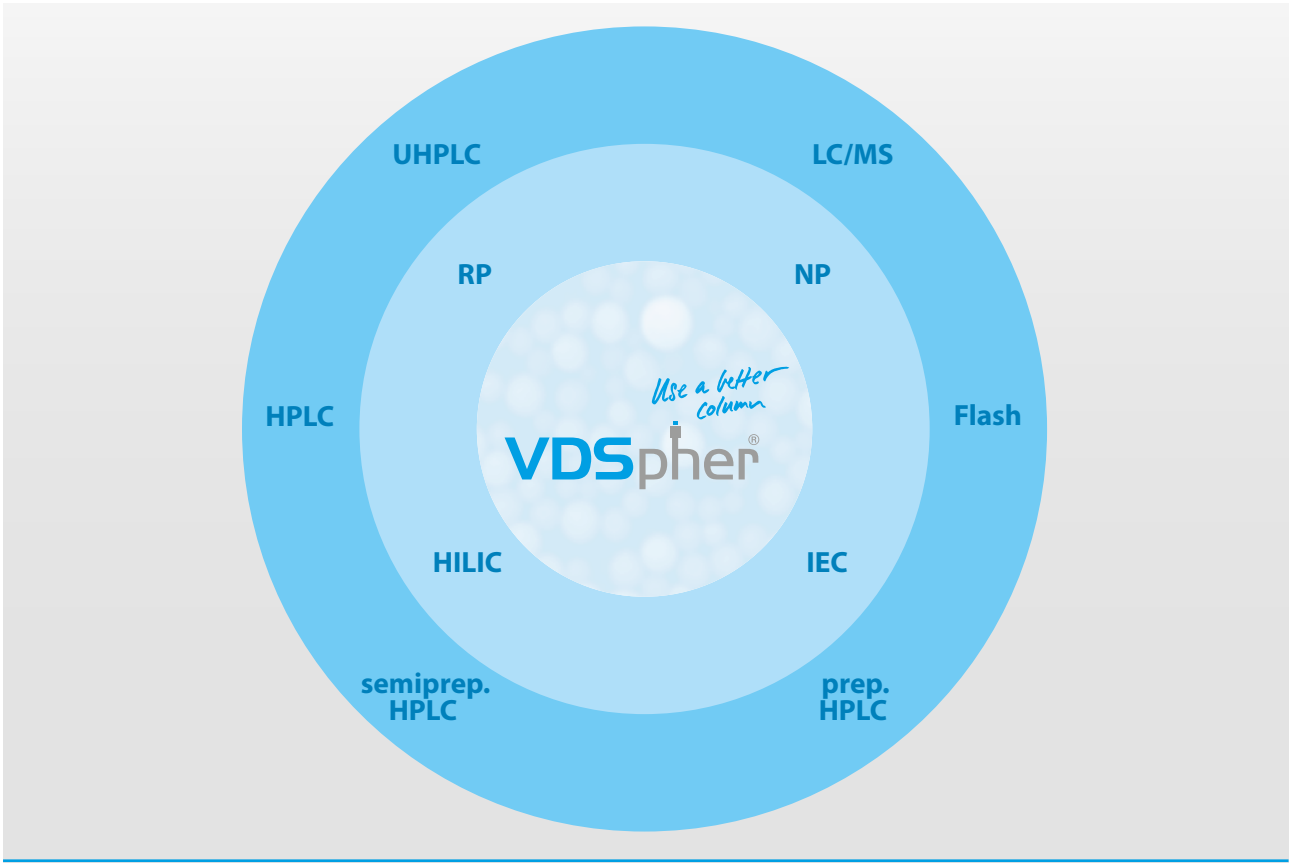
VDSpher® Classic e PUR _____ p. 4
VDSpher® Fases Normal _____ p. 7
VDSpher® Fases Reversas _____ p. 8
VDSpher® PUR HILIC _____ p. 14
VDSpher® Troca Iônica _____ p. 16
U-VDSpher® PUR _____ p. 16
VDSpher® OptiAqua _____ p. 18
VDSpher® OptiBio _____ p. 19
VDSpher® MS _____ p. 22
VDSpher® Preparativa _____ p. 23
VDSpher® Flash _____ p. 25

Os diâmetros de partículas disponíveis vão de 1.8 µm até 55 µm. Tamanhos maiores de partículas (ex 120 µm) também podem ser oferecidos. A grande seletividade analítica (desde UHPLC até HPLC preparativo), permite mudanças de tamanhos diferentes de partícula. Para o usuário, as fases VDSpher permitem o escalonamento orientado desde a fase HPLC analítica até a HPLC semi preparativa ou preparativa em escala de produção »upscaling«. O processo reverso de escalonamento »downscaling« também é possível, sem a necessidade de diversos testes e perda de tempo. Para a fase analítica, os produtos VDSpher tem tamanho de poro de 100 Å e é adequada para analitos de pequeno a médio peso molecular.

Para análise de moléculas maiores, a VDS optilab oferece sílica de poro maior, com tamanhos na faixa de 150 Å a 1000 Å. Para aplicações preparadas em escala produtiva, as fases de separação com 75 Å também fazem parte do nosso portfolio. Beneficie das vantagens de nossas fases VDSpher:

- excelente estabilidade entre lotes
- largo espectro de seletividade
- seletividade eficiente
- sílica com alto teor de pureza
- poros com tamanhos regulares
- partículas com distribuição uniforme
- excelentes valores de pratos teóricos

Fases de separação VDSpher® estão disponíveis a uma grande variedade de aplicações:



Sílicas Básicas: VDSpher® Classic e VDSpher® PUR

Toda as fases VDSpher são baseadas em duas bases de sílica: VDSpher Classic e PUR. O que diferencia uma da outra essencialmente é o teor de pureza. As especificações físicas de ambas estão resumidas na **Tabela 1.**

A pureza da sílica de base influencia visivelmente na separação cromatográfica, a quantidade de metal presente altera as propriedades do gel de sílica e da superfície **(Figura 1).** Sendo assim, as interações das partes metálicas durante as análises não devem ser negligenciadas, conforme ilustrado na **Figura 2.** Devido ao maior teor de metal da fase VDSpher Classic 100 C18-E, as análises tomam mais tempo em comparação com a linha VDSpher PUR C18-E.

Todas as linhas VDSpher (Clássic e PUR) são adequados para escala analítica, semi preparativa e preparativa. De modo geral, recomendamos VDSpher PUR para práticas analíticas e VDSpher Classic para fins semi e preparativos.

	VDSpher® Classic						VDSpher® PUR			
Poro [Å]	75	100	150	200	300	1000	100	150	200	300
Superficie [m^2/g]	500	320	175	130	90	30	320	175	130	90
Volume do Poro [ml/g]	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
Concetração de Si [%]	99.95	99.97	99.97	99.97	99.97	99.97	99.995	99.995	99.995	99.995
Presença de Metais [ppm]	<125	<100	<100	<100	<100	<100	<20	<20	<20	<20
Densidade [g/ml]	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.42	0.45	0.45	0.45	0.45

Tabela 1: *Especificações físicas da Sílica VDSpher Classic e PUR.*



Figura 1: *Influência do teor de metal quanto a hidrofobicidade da sílica.*

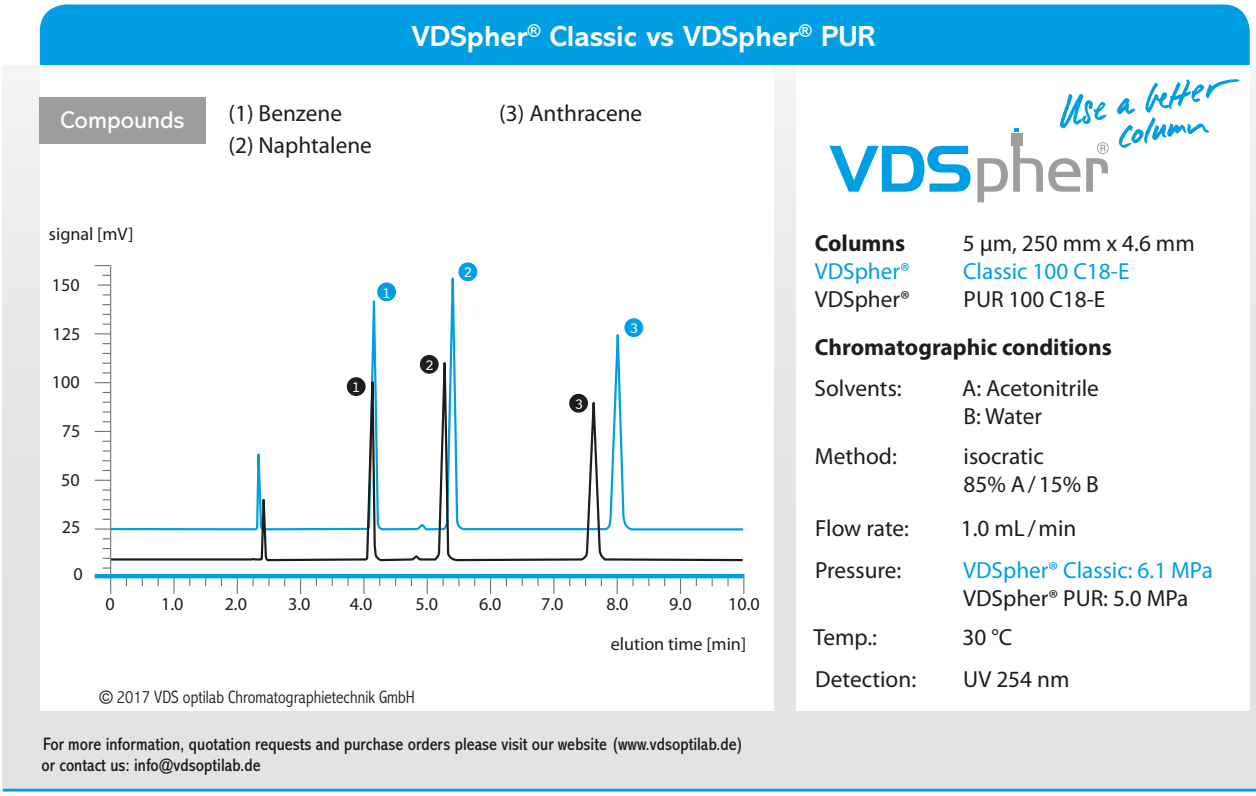


Figura 2: *Influência da pureza da sílica no tempo de retenção: VDSpher Classic 100 C18-E vs VCSpher PUR 100 C-18-E.*

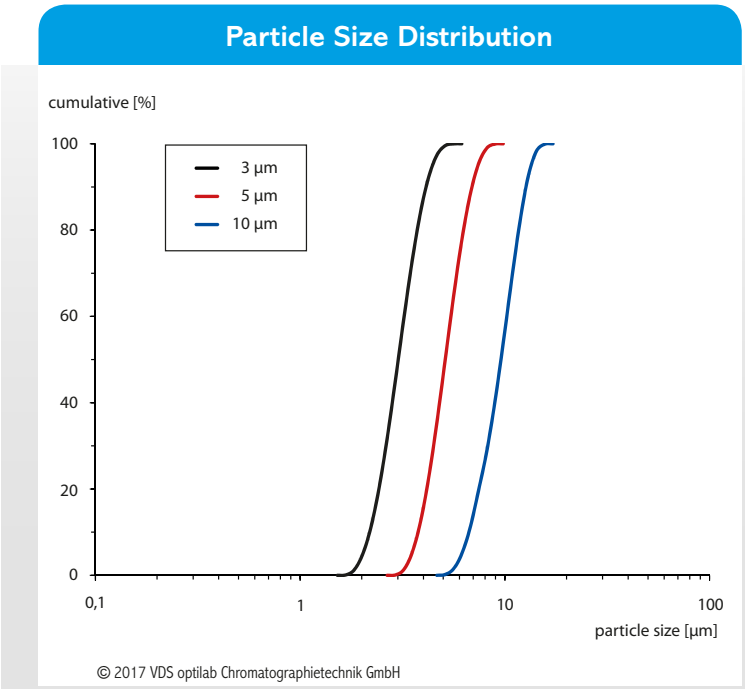
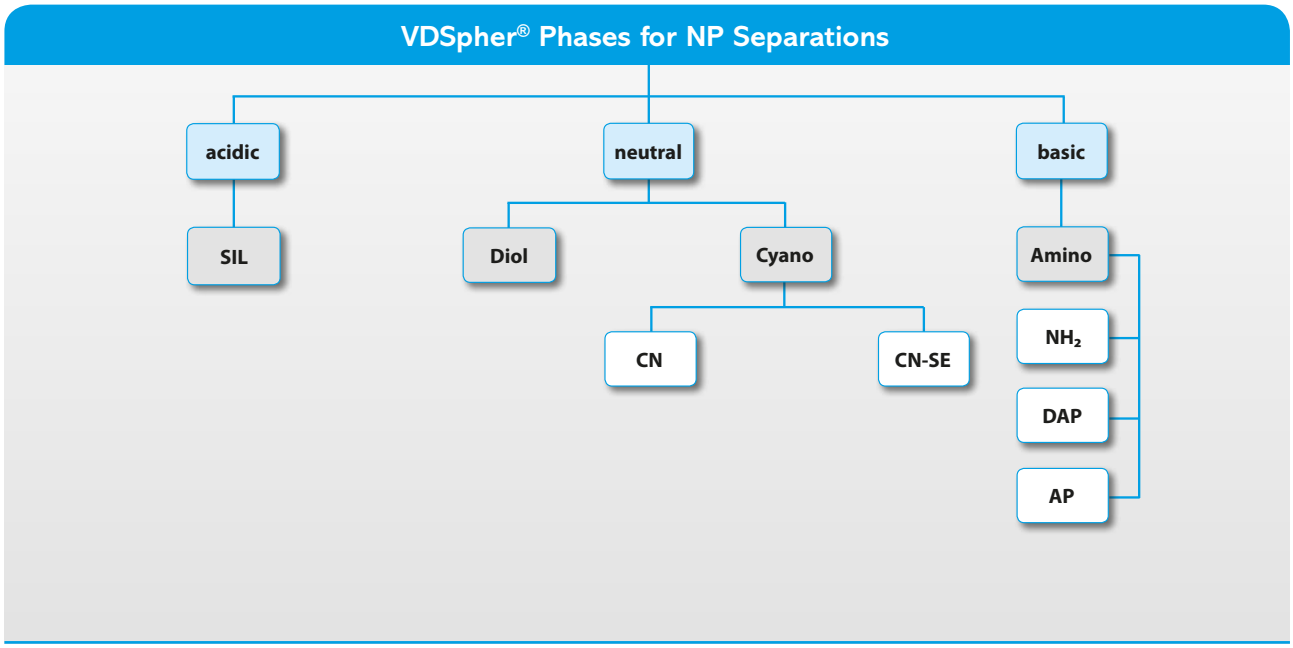
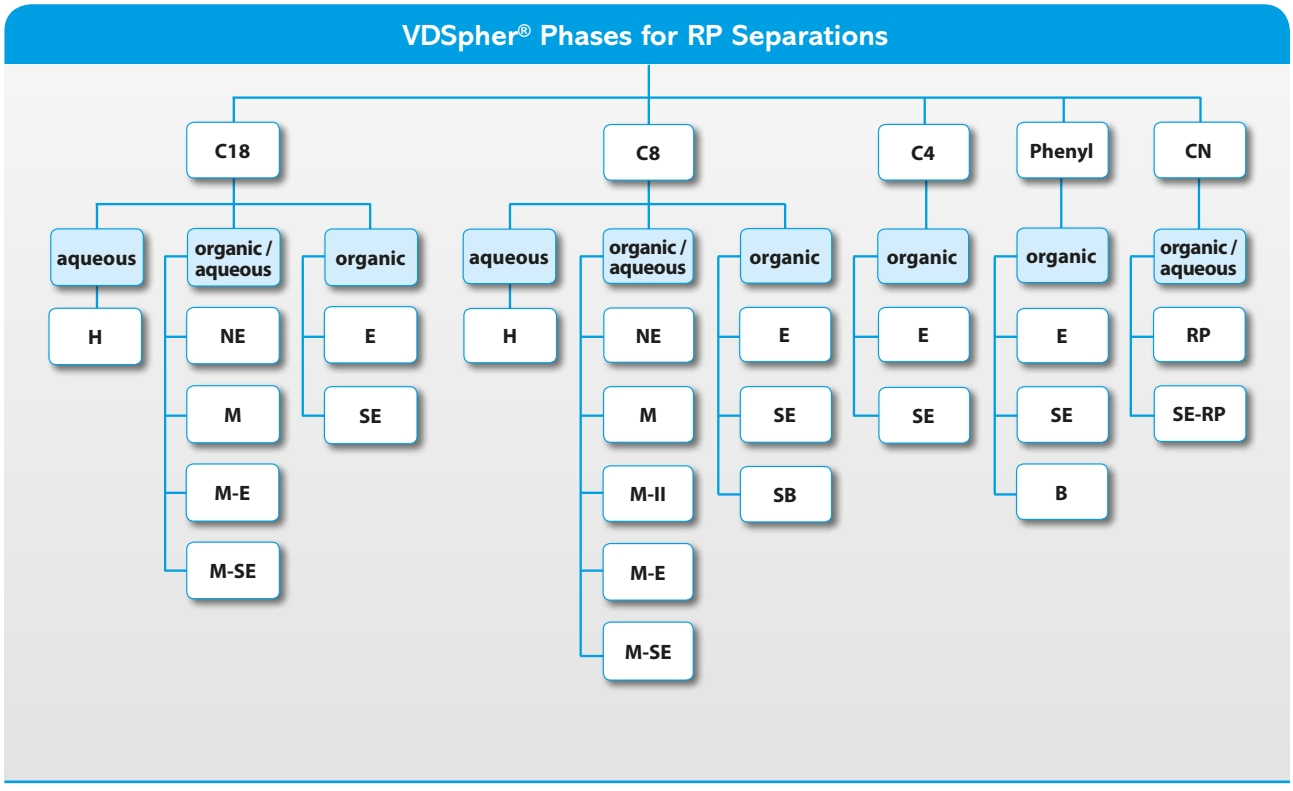


Figura 3: *Informe da distribuição do tamanho das partículas de 3 sílicas VDSpher.*

Iniciando pelas sílicas básicas VDSpher Classic e PUR, oferecemos um grande numero de diferentes modificações de fases de separação, exibidas esquematicamente em nossas folhas de fluxo abaixo.





Fases Normal VDSpher®

Para cromatografia de fase normal, diversas sílicas sem modificações bem como modificados estão disponíveis. Inúmeras possibilidades de produtos de fase normal podem ser produzidas. As **Tabela 2** (pág 7) e 3 (pág 8) fornecem um resumo das modificações disponíveis VDSpher Classic e PUR para fase normal bem como suas especificações físicas. O tamanho das partículas disponíveis podem ser encontradas em nossa lista atual de preços.

VDSpher® Classic e PUR Normal Phase Modifications			
Phase	**Modification**	**Endcapping**	**USP Code**
SIL [1], [2]	none	no	L3
Diol [2]	dihydroxy alkyl	no	L20
CN [1]	alkyl nitrile	yes	L10
CN-SE	alkyl nitrile	yes (special)	L10
NH_2 [1]	alkyl amine	no	L8
AP [2]	alkyl amine	no	---
DAP [2]	alkyl amine	no	---

[1] Disponível também como U-VDSpher para UHPLC.
[2] Disponível também como VDSpher Flash.

Tabela 2: *VDSpher Classic e PUR fase normal.*

A principal vantagem a ser destacada é a modificação química da sílica, permitindo o rápido e equilíbrio e excelente índice de reprodutibilidade mesmo com a variação do teor de água da fase móvel, livrando do comum problema de gradiente.

Além disso, deve-se considerar os grupos silanois na superfície da sílica correspondendo um abiente ligeiramente ácido, enquanto as modificações amino possuem efeito alcalino. Em contraste, Diol e NC são consideradas modificações neutras.

Dependendo do tipo de modificação, diferentes mecanismos podem ser usados para separação:

- SIL: interações polares, alta atividade dos grupos silanóis
- Diol: interações polares, atividade dos grupos silanois presente
- CN: interações polares, interações Ñ-Ñ, interações hidrofóbicas, baixa atividade dos grupos silanóis
- CN-SE: interações polares, interações Ñ-Ñ, interações hidrofóbicas, sem atividade dos grupos silanóis
- NH_2: interações polares, interações hidrofílicas, troca iônica, atividade dos grupos silanóis
- AP: interações polares, interações hidrofilicas, troca iônica, atividade dos grupos silanóis
- DAP: interações polares, interações hidrofilicas, troca iônica, atividade dos grupos silanóis

Physical Specifications of VDSpher® Classic e PUR Normal Phases				
Phase	**Available Pore Sizes [Å]**	**Carbon Content [%]**	**Nitrogen Content [%]**	**pH Range**
SIL	Classic: 75, 100, 150, 200, 300, 1000 PUR: 100, 150, 200, 300	0	0	2 - 8
Diol	Classic e PUR: 100	4.5	0	2 - 8
CN	Classic e PUR: 100	6.5	1.3	2 - 8
CN-SE	PUR: 100, 150	100 Å: 7.0, 150 Å: 5.0	100 Å: 1.5, 150 Å: 1.2	2 - 9
NH_2	Classic e PUR: 100	4.0	1.5	2 - 7.5
AP	Classic: 100	4.2	1.5	2 - 7.5
DAP	Classic: 100	4.5	2.3	2 - 7.5

Tabela 3: *Especificações Físicas VDSpher® Classic e PUR de fases normais.*

Fases Reversas VDSpher®

Cromatografia de fase reversa (RP) é atualmente o método HPLC usado com maior frequência. O número de fases reversa aumenta constantemente e na medida do possível, uma fase estacionária correspondente está disponível para cada problema de separação. Um bom exemplo é a própria C18, que há muito tempo deixou de ser apenas C18, trazendo ao mercado diferentes tecnologias de modificações e endcapping, resultando em diferentes adaptações de fases C18. Até mesmo nossa marca VDSpher passa por constante desenvolvimento e oferece inúmeras modificações e variações.

Disponibilizamos diversas modificações para C18, C8, C4, Phenyl e CN. Uma visão geral das possibilidades oferecidas pela VDS é apresentada na **Tabela 4.** Além disso, oferecemos também adatações em nossa linha de produtos VDSpher OptiAqua, VDSpher OptiBio e VDSpher MS, que serão apresentadas nas páginas a seguir.

Abaixo, comparativo entre colunas C18 em relação as modificações e variações disponíveis.

– C18-NE	ligação monomérica	sem endapping
– C18-E	ligação monomérica	endcapping líquido
– C18-SE	ligação monomérica	endcapping gasoso
– C18-M	ligação polimerica	sem endcapping
– C18-M-E	ligação polimerica	endcapping líquido
– C18-M-SE	ligação polimerica	endcapping gasoso
– C18-H	ligação única	espaçador polar

VDSpher® Classic e PUR Reversed Phase Modifications			
Phase	**Modification**	**Endcapping**	**USP Code**
C18-E [1], [2]	C18	yes	L1
C18-NE	C18	no	L1
C18-SE	C18	yes (special)	L1
C18-M	C18	no	L1
C18-M-E [2]	C18	yes	L1
C18-M-SE [1]	C18	yes (special)	L1
C18-H [1], [2]	C18	yes (polar)	L1
C8-E [1]	C8	yes	L7
C8-SB	C8	yes	L7
C8-NE	C8	no	L7
C8-SE	C8	yes (special)	L7
C8-M	C8	no	L7
C8-M-II	C8	no	L7
C8-M-E	C8	yes	L7
C8-M-SE	C8	yes (special)	L7
C8-H	C8	yes (polar)	L7
C4-E	C4	yes	L26
C4-SE	C4	yes (special)	L26
Phenyl-E [1]	alkyl phenyl	yes	L11
Phenyl-SE	alkyl phenyl	yes (special)	L11
Phenyl-B	alkyl phenyl	yes	L11
CN-RP [1]	alkyl nitrile	yes	L10
CN-SE-RP	alkyl nitrile	yes (special)	L10

[1] Também disponível como U-VDSpher® para UHPLC (verifique seção Fases U-VDSpher®).
[2] Também Disponível como VDSpher® Flash para cromatografia flash (Verifique seção VDSpher® Fases Flash).

Tabela 4: *VDSpher® Classic e PUR reversed phase modifications.*

Dependendo do tipo de reagente utilizado, ligações únicas (»monomérica«) ou múltiplas (»polímerica«) dos grupos superficiais de silanóis são produzidas, resultando em uma estrutura linear ou ramificada. Entretanto, por razões de impedimento do perfil estérico, nem todos os grupos silanóis presentes podem ser modificados, por esse motivo as fases ainda apresentam atividade dos grupos silanóis. Para reduzir esta atividade ou até mesmo neutraliza-la, o endcapping com trimetilclorosilano (TMS) é realizado em uma etapa subsequente. O modelo de reação do endcapping também desempenha um papel muito importante nesta etapa: em fase líquida, aproximadamente 40% dos grupos silanois podem reagir com TMS, enquanto na fase gasosa a reação chega até 99%. Outra variável é o reagente usado para modificar o monômero, o mesmo carrega um grupo polar que será usado como um »espaçador polar« das cadeias C18. As propriedades especiais desta fase são descritas detalhadamente adiante. Assim surgem as diferentes fases VDSpher C18, partindo da combinação de modificações e métodos de endcapping descritos acima.

As ligações e o endcapping exercem influência decisiva sobre a hidrofobicidade das fases. Quanto maior a quantidade de carbonos em ligações múltiplas de uma fase, maior será o comportamento hidrofóbico.

Por outro lado, os grupos livres de silanóis exercem efeito hidrofílico. O comportamento das fases VDSpher C18 é exibido na **Figura 4.** Para critérios comparativos, as duas fases VDSpher OptiAqua e OptiBio foram consideradas.

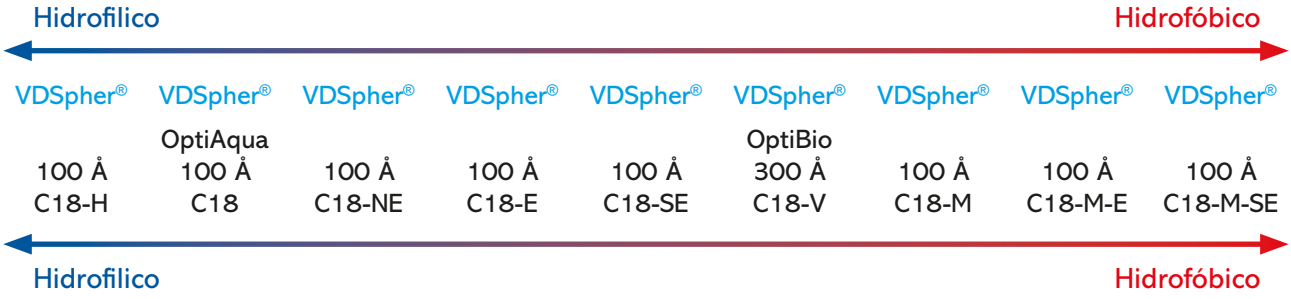


Figura 4: *Hidrofobicidade das modificações C18 da VDSpher®.*

A **Figura 5** e **Figura 6** ilustram o comportamento de separação das diferentes fases reversas VDSpher. A separação dos compostos benzeno, naftaleno e antraceno **(Figura 5)** difere de acordo com o teor de carbono em cada coluna. A fase mais hidrofóbica, VDSpher Classic 100 C18-M-SE, retarda a detecção do antraceno quando comparada com a fase VDSpher Classic 100 C18-E de hidrofobicidade média, por fim, a fase mais hidrofílica VDSpher Classic 100 C18-H permite retenção significativamente mais rápida dos analitos hidrofóbicos citados.

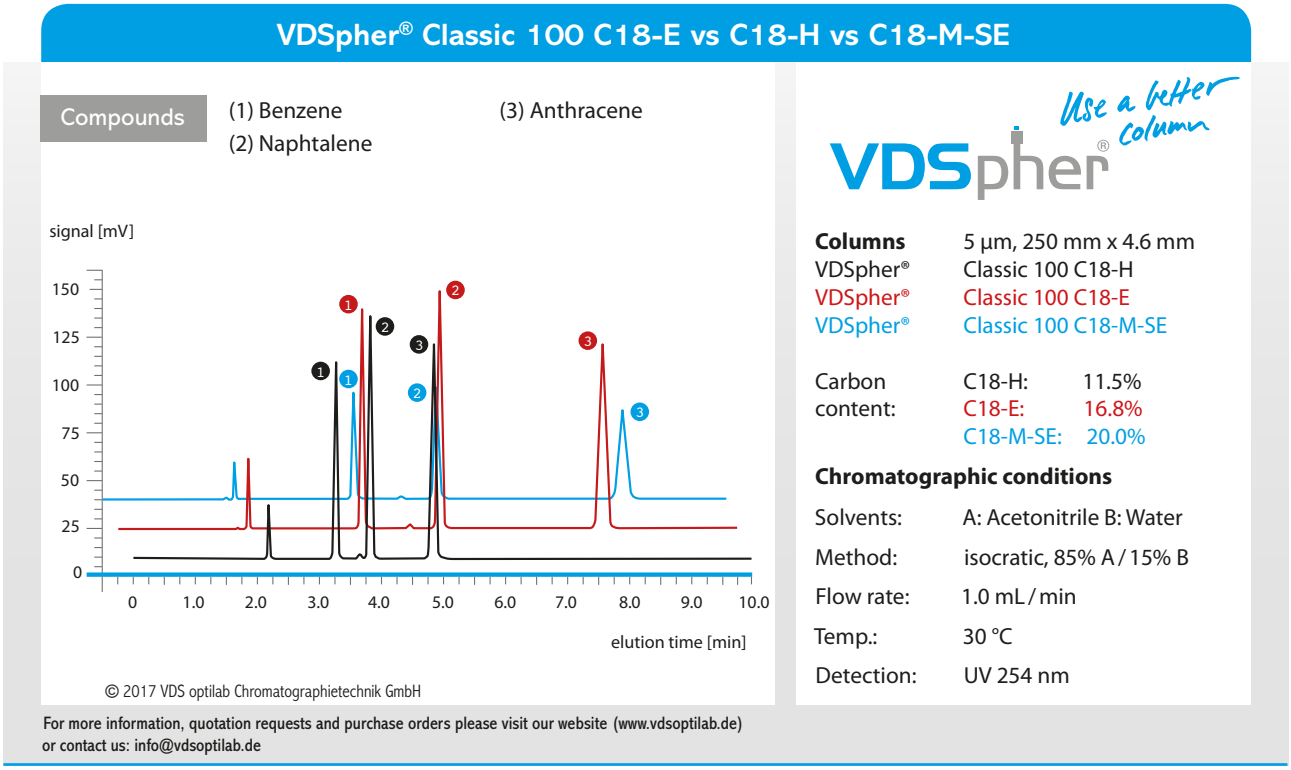


Figura 5: *Influência da hidrofobicidade das diferentes fases VDSpher® C18 na retenção de analitos. Comparação entre VDSpher® Classic 100 C18-E, VDSpher® Classic 100 C18-H and VDSpher® Classic 100 C18-M-SE.*

Outra condição que pode definir características particulares de seletividade é o grupo polar de cada fase. A **Figura 6** mostra a purificação da insulina (Pico número 2) entre as fases VDSpher Classic 100 C8-E e VDSpher Classic 100 C18-H. A fase VDSpher Classic 100 C8-E foi selecionada por possuir carga de carbono semelhante ą de VDSpher Classic 100 C18-H. Na fase VDSpher Classic 100 C8-E, o tempo de retenção da insulina acontece entre suas impurezas, enquanto que na fase »polar« VDSpher Classic 100 C18-H, o tempo de retenção da insulina é maior do que para as impurezas.

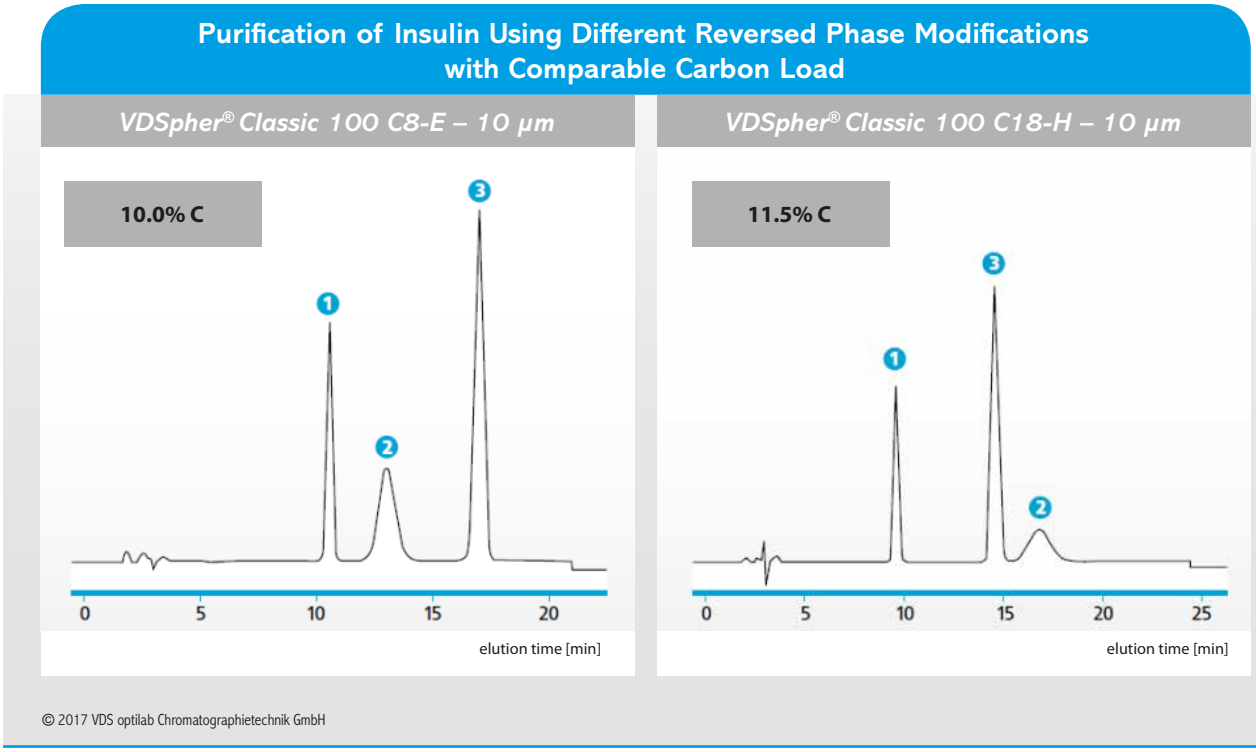


Figura 6: *Diferente seletividade na purificação da insulina usando diferentes fases reversas VDSpher: Comparação entre VDSpher® Classic 100 C8-E e VDSpher® Classic 100 C18-H.*

A coluna com fase VDSpher PUR 100 C18-E é um excelente ponto de partida para muitos problemas de separação, possui média hidrofobicidade e baixa atividade de grupos silanóis.
Esta coluna prova seu valor em muitas aplicações como: isolamento de substâncias naturais na determinação da cafeína no café, chá e outras bebidas contendo cafeína **(Figura 7)** bem como determinação de aminoácidos.
A fase VDSpher C18-SE, que não apresenta qualquer atividade de grupos silanóis é ligeiramente mais hidrofóbica. Substâncias hidrófobicas serão, portanto, retardadas nesta fase. Além disso, devido ao endcapping completo e consequentemente uma condição inerte, a análise de substâncias alcalinas é melhor implementada e uma maior estabilidade é alcançada em meios ácidos fortes e ligeiramente alcalinos.
A fase sem endcapping VDSpher PUR 100 C18-NE também está disponível, caso a atividade dos grupos silanóis sejam relevantes durante a separação. Os grupos livres de silanol também facilitam a utilização em fases aquosas, comparando-se com fases com endcapping. Para trabalhar com 100% de água na fase móvel, recomendamos a fase bastante hidrofílica VDSpher PUR 100 C18-H. O espaçador polar garante que as cadeias C18 não colapsem apesar do alto teor de água. A VDSpher PUR 100 C18-H é, portanto, ideal para a análise de analitos polares e biomoléculas menores solúveis em água.

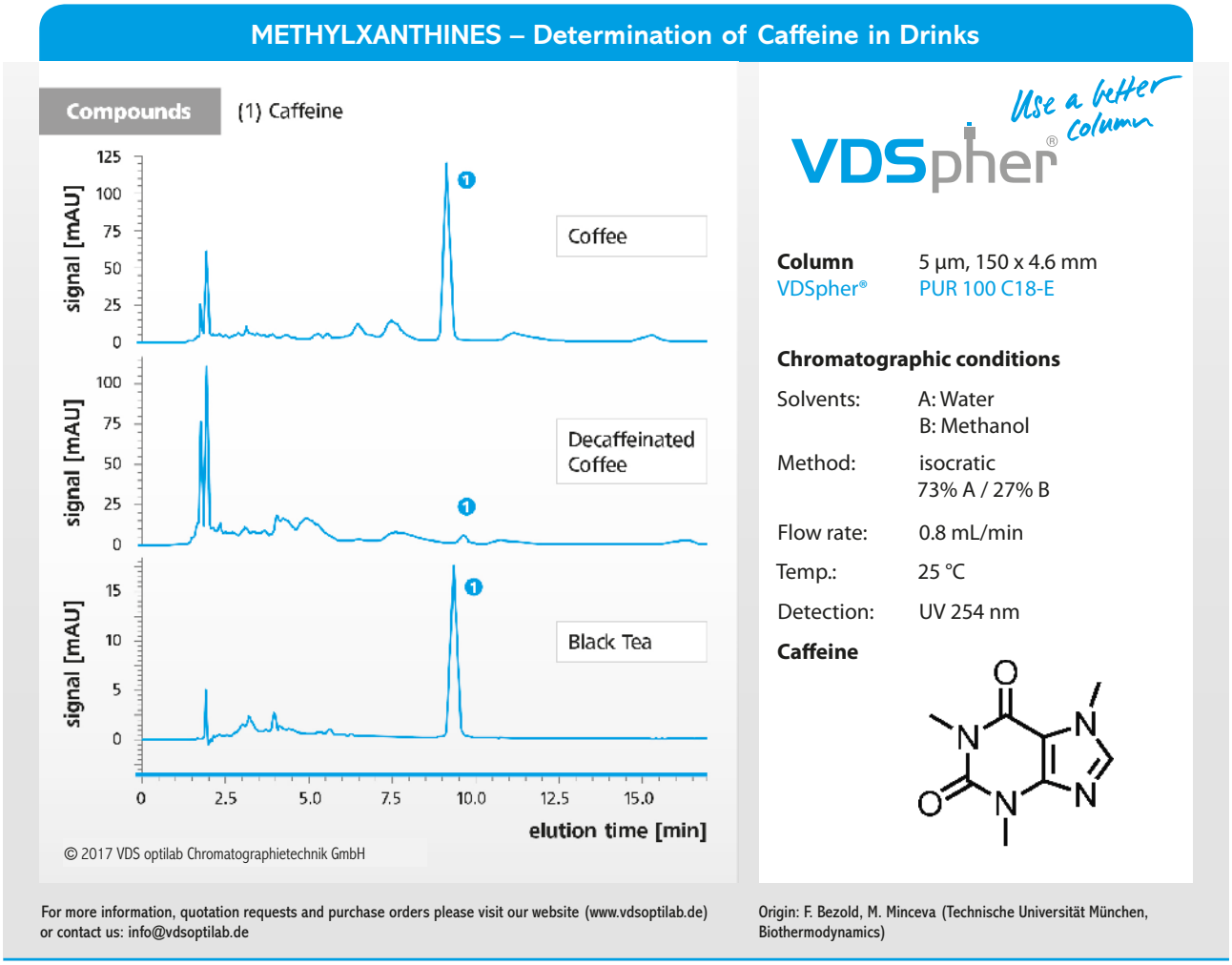


Figura 7: *Determinação de cafeína em bebidas usando VDSpher® PUR 100 C18-E.*

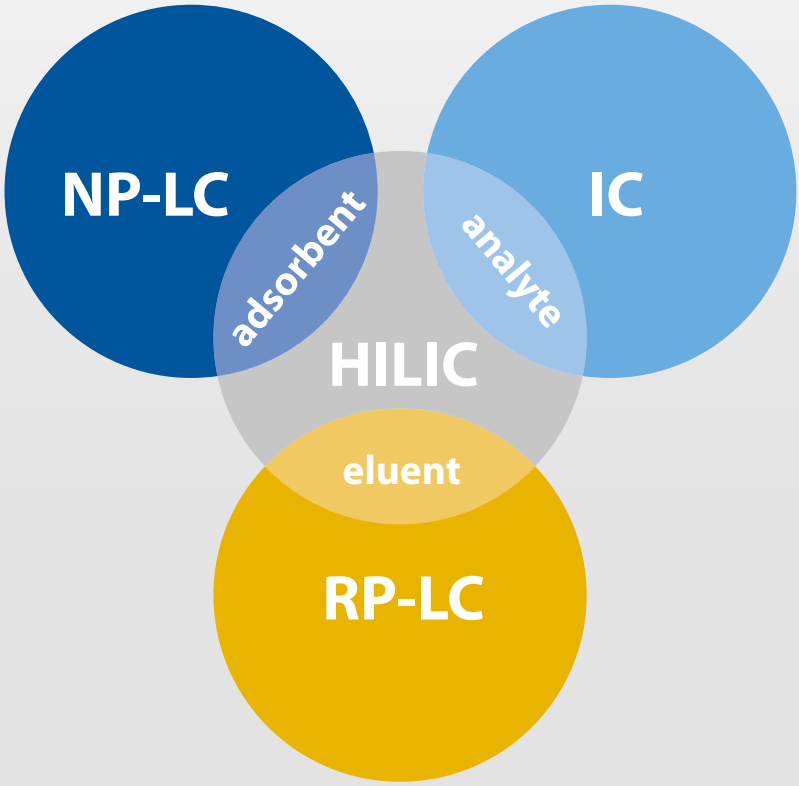
As fases VDSpher C18-M, VDSpher C18-M-E e VDSpher C18-M-SE podem ser selecionadas para aplicações hidrofóbicas. Essas fases possuem carga de carbono bastante elevada devido as ligações múltiplas. A estrutura superficial ramificada, protege efetivamente a superfície da sílica, de modo que, mesmo com alta hidrofobicidade, é possível trabalhar com eluente 100% aquoso. A fase VDSpher C18-M também possuem versões com encapsulamento líquido, VDSpher C18-M-E, como também com encapsulamento gasoso, VDSpher C18-M-SE, essas modificações permitem a escolha da melhor fase perante a influência dos grupos silanóis e do teor de carbono. Todas essas modificações descritas não se limitam apenas a C18, um grande número de diferentes modificações de fases VDSpher estão disponíveis para C8 e C4 também. Devido ą baixa carga de carbono em comparação com as fases VDSpher C18, as fases VDSpher C8 e especialmente VDSpher C4 são menos hidrofóbicas. Além disso, a atividade dos grupos silanóis é mais evidente devido ą melhor acessibilidade da superfície da sílica. VDSpher Phenyl-E com encapsulamento líquido e VDSpher Phenyl-SE com encapsulamento gasoso são alternativas para fases reversas modificadas aliphaticamente. As interações Ñ-Ñ influenciam na separação devido a modificação do alkylphenyl. Outras seletividades são habilitadas, por exemplo, para hidrocarbonetos aromáticos polares e não polares ou ácidos graxos.

Physical Specifications of VDSpher® Classic e PUR Reversed Phases				
Phase	**Available Pore Sizes [Å]**	**Carbon Content [%]**	**Nitrogen Content [%]**	**pH Range**
C18-E	Classic: 75, 100, 150 PUR: 100, 150	75 Å: 21.0, 100 Å: 16.8 150 Å: 10.5	0	2 - 7.5
C18-NE	Classic e PUR: 100	16.3	0	2 - 7.5
C18-SE	Classic: 75, 100 PUR: 100	75 Å: 21.3 100 Å: 17.0	0	2 - 9
C18-M	Classic e PUR: 100	17.5	0	2 - 8
C18-M-E	Classic e PUR: 100	19.0	0	2 - 8
C18-M-SE	Classic e PUR: 100	20.0	0	1 - 10
C18-H	Classic e PUR: 100	11.5	0	2 - 7.5
C8-E	Classic: 75, 100, 150 PUR: 100, 150	75 Å: 13.8, 100 Å: 10.0 150 Å: 5.9	0	2 - 7.5
C8-SB	Classic: 75, 100 PUR: 100	75 Å: 13.0 100 Å: 11.3	0	2 - 8.5
C8-NE	PUR: 100	9.9	0	2 - 7.5
C8-SE	Classic: 75, 100, 150 PUR: 100	75 Å: 13.9, 100 Å: 10.4 150 Å: 6.1	0	2 - 9
C8-M	Classic: 100	7.0	0	2 - 8
C8-M-II	PUR: 100	8.2	0	2 - 8
C8-M-E	PUR: 100	10.7	0	2 - 8
C8-M-SE	PUR: 100	11.0	0	2 - 10
C8-H	Classic e PUR: 100	8.5	0	2 - 7.5
C4-E	Classic e PUR: 100	7.0	0	2 - 7.5
C4-SE	Classic e PUR: 100	7.1	0	2 - 9
Phenyl-E	Classic e PUR: 100	10.5	0	2 - 7.5
Phenyl-SE	PUR: 100	10.7	0	2 - 9
Phenyl-B	PUR: 100	12.0	0	2 - 7.5
CN-RP	Classic e PUR: 100	6.5	1.3	2 - 8
CN-SE-RP	PUR: 100, 150	100 Å: 7.0, 150 Å: 5.0	100 Å: 1.5, 150 Å: 1.2	2 - 9

Tabela 5: *Especificações físicas da VDSpher Classic e PUR fase reversa.*

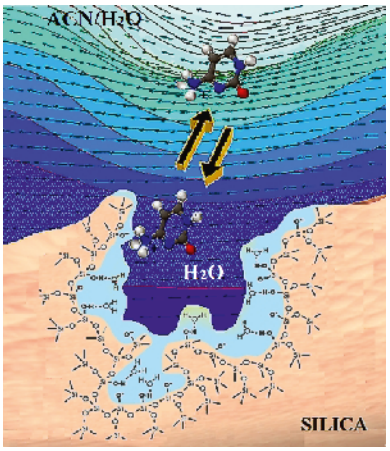
A VDSpher PUR Phenyl-B é uma fase especial, que permite interações alifáticas e aromáticas, podendo ser portanto, uma alternativa interessante para muitas fases de Phenyl-hexyl disponíveis no mercado. O portfólio desta linha de produtos é concluído com as fases reversas VDSpher alkyl e suas modificações nitrila VDSpher CN-RP e CN-SE-RP. Estas fases modificadas são ideais para a separação de moléculas alcalinas. Os diferentes tamanhos de partículas estão disponíveis em nossa lista de preços atual, consulte seu representante.

Fases HILIC VDSpher® PUR



HILIC (Chromatografia Líquida de Interação Hidrofílica) é uma variação especial da Cromatografia Líquida de Alta Resolução (HPLC) na qual as modificações de fase normal hidrofílicas são manipuladas com fases móveis normalmente utilizadas em cromatografia de fase reversa. A técnica é aplicada para separação de substâncias muito polares extremamente difíceis de analisar pelos métodos convencionais de HPLC. A metodologia HILIC consite na formação de uma camada aquosa na superfície da fase estacionária. A separação dos analitos é baseada em uma complexa combinação de diferentes efeitos. Além das interações usuais, existe também uma influencia essencial formada pela distribuição do analito entre a fase móvel e a camada de água formada.

A capacidade de retardar as substâncias polares é um diferencial específico das HILIC. Como exemplo podemos citar o Uracil, usado freqüentemente como marcador em análise HPLC, na análise HILIC o analito é fortemente retardado conforme ilustrado na **Figura 8.**



B. Buszewski *et al.*, *Anal. Chem.* 2012, *402,* 231-247. A figura foi gentilmente cedida por Boguslaw Buszewski (Environmental Chemistry and Bioanalytics, Nicolaus Copernicus University, Toruń, Poland).

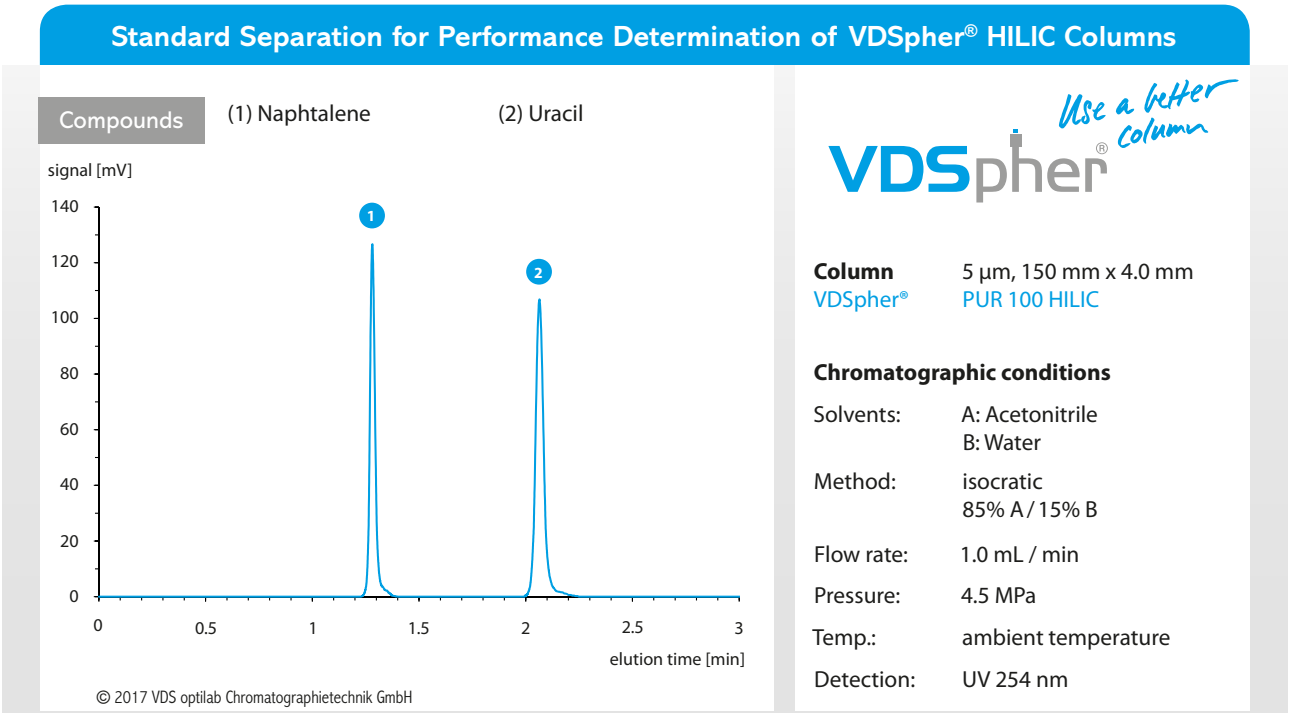


Figura 8: *Separação do naftaleno e do uracil com a coluna VDSpher® PUR 100 HILIC.*

As fases VDSpher PUR 100 HILIC disponíveis são mostradas na **Tabela 6.** Normalmente os poros destas fases são de 100 Å e com diâmetro de partícula médio de 5 µm. A fase ideal para cada aplicação HILIC pode ser selecionada através das diferentes modificações disponíveis. As fases VDSpher PUR 100 HILIC-AM e especialmente VDSpher PUR 100 HILIC-SAC são ideais para separações de açúcar, enquanto as análises de nucleobases podem ser realizadas com a VDSpher PUR 100 HILIC-Z.

VDSpher® PUR 100 HILIC Modifications

Phase	Modification	USP Code
HILIC	none	L3
HILIC-OH	dihydroxy alkyl	L20
HILIC-AM	alkyl amine	L8
HILIC-SAC	alkyl amine	L8
HILIC-Z	zwitterionic	-

Tabela 6: *Modificações VDSpher® PUR 100 HILIC.*

Fases VDSpher® de Troca Iônica

A linha de produtos VDSpher torna-se completa com as fases de Troca Iônica. A fase VDSpher PUR 100 NH2 é conhecida como fase normal e pode ser aplicada para troca iônica. Além da PUR 100 NH2, as fases amino VDSpher Classic 100 AP e VDSpher Classic 100 DAP também estão disponíveis para cromatografia de troca iônica (Ion-Exchange Chromatography). Outra opção oferecida como troca iônica é a fase VDSpher PUR 100 PEI, esta fase é modificada com polietilenoimina e atinge ótima capacidade de troca iônica na faixa de pH 4 a 7. Para separações cromatográficas, alterações no valor do pH da fase móvel e a força iônica são fudamentais para adsorção e dessorção dos analitos. A capacidade de troca iônica das fases VDSpher 100 disponíveis são apresentadas na **Tabela 7.**

Ion-Exchange Capacities of the VDSpher® 100 Anion-Exchanger	
Phase	**Ion-Exchange Capacity [mmol/g]**
NH_2 Classic e PUR	0.95
AP Classic	0.85
DAP Classic	1.4
PEI PUR	2.1

Tabela 7: *Capacidade de troca iônica da fase VDSpher® 100 anion-exchanger.*

A VDS também possui fase para troca de cations com a VDSpher PUR 100 OA-1. Esta fase também tem atividade de grupos silanois e a capacidade de troca é de 0,5 mmol/g. A separação de ácidos orgânicos sem adição de solução tampão é permitida pela VDSpher PUR 100 OA-1. As fases de troca iônica estão disponíveis com um tamanho de poro de 100Å e partícula com diâmetro de 5 µm. A fase VDSpher Classic 100 AP oferece partículas com diâmetro de 15 µm, 30 µm ou 55 µm.

Fases U-VDSpher® PUR

Atualmente, mais usuários estão usando UHPLC dentro de suas rotinas analíticas com o intuito de reduzir os tempos de análise, aumentar a eficiência e, consequentemente, diminuir os custos.
Para UHPLC, o empacotamento das colunas devem satisfazer certas reivindicações. A redução nos tempos de análise é facilmente alcançada com pequenas dimensões de coluna, entretanto a alta resolução cromatográfica desejada não pode ser alcançada com os tamanhos de partículas normalmente usadas em HPLC. Por esse motivo, partículas com diâmetros inferiores a 2 µm surgiram para atender as necessidades do sistema UHPLC. Altos valores de pratos teóricos são alcançados, proporcionando consequentemente uma alta resolução. Devido ao pequeno tamanho das partículas, pressões de até 1200 bar podem ser obtidas nas aplicações UHPLC. Para garantir a estabilidade do empacotamento da coluna em altas pressões, são necessários processos especiais na produção destas colunas.
A VDS optilab trabalha continuamente no desenvolvimento e otimização dos processos de produção das colunas UHPLC para assegurar durabilidade e estabilidade analítica, entretanto devemos frisar que, pressões acima de 800 bar, podem encurtar a vida útil da coluna.
As colunas U-VDSpher da VDS optilab oferecem soluções ideais para aplicações UHPLC. As diferentes

fases de separação U-VDSpher possuem partícula de menor tamanho (1,8 µm) e são empacotadas em um processo especial e diferenciado. As modificações disponíveis da linha U-VDSpher PUR 100 são mostradas na **Tabela 8.** As modificações apresentadas podem ser utilizadas para realizar um grande número de separações de fases normais e reversas.

Physical Specifications of U-VDSpher® PUR 100 Normal and Reversed Phase Modifications

Phase	Modification	Endcapping	Carbon Content [%]	Nitrogen Content [%]	USP Code
SIL	none	no	0	0	L3
CN	alkyl nitrile	yes	6.5	1.3	L10
CN-RP	alkyl nitrile	yes	6.5	1.3	L10
NH_2	alkyl amine	no	4.0	1.5	L8
C18-E	C18	yes	16.8	0	L1
C18-M-SE	C18	yes (special)	20.0	0	L1
C18-H	C18	yes (polar)	11.5	0	L1
C8-E	C8	yes	10.0	0	L7
Phenyl-E	alkyl phenyl	yes	10.5	0	L11

Tabela 8: *Especificações físicas da U-VDSpher® PUR 100 para fases normais e reversas.*

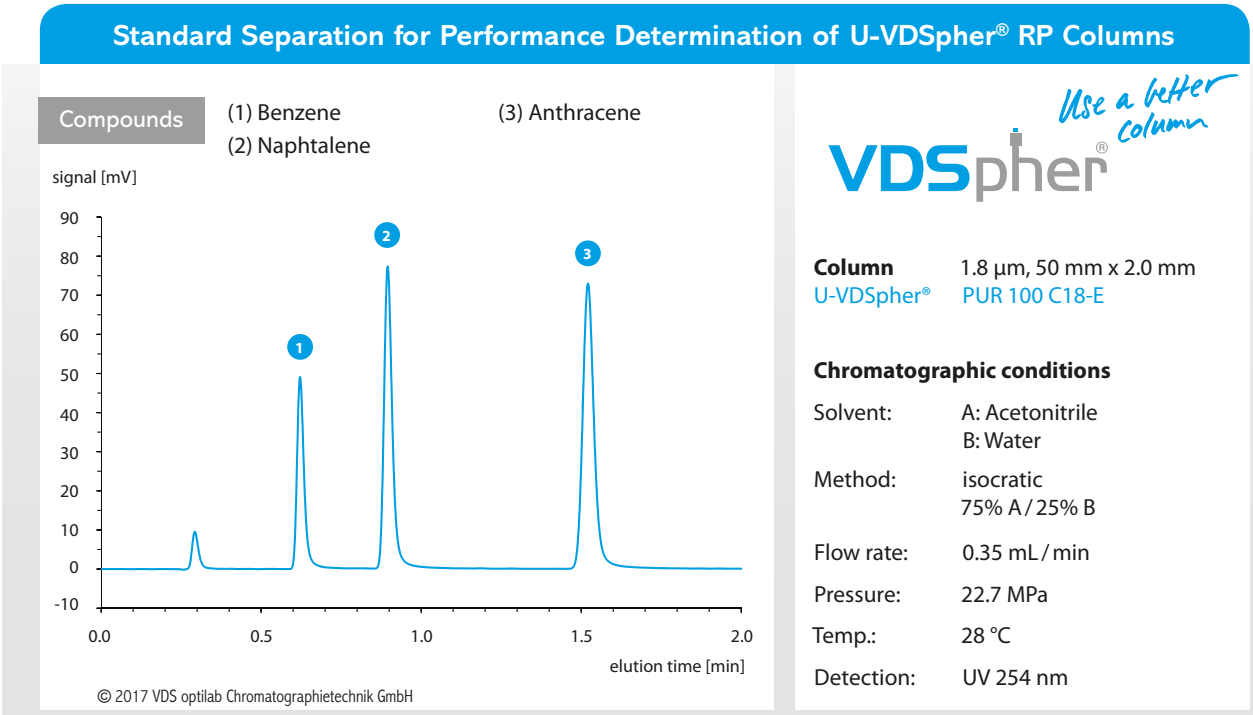


Figura 9: *Separação padrão com U-VDSpher® PUR 100 C18-E.*

Fases VDSpher® OptiAqua

As fases VDSpher OptiAqua foram desenvolvidas especialmente para aplicações extremamente hidrofílicas. O encapsulamento polar torna possível usar 100% de água como solvente ao mesmo tempo que mantém as propriedades da fase reversa.
Seis fases distintas de VDSpher OptiAqua com diferentes modificações e também com variações no tamanho dos poros e diâmetros de partículas foram desenvolvidas baseadas nas fases VDSpher Classic e PUR. Estas variações permitem um grande número de aplicações e desenvolvimentos.
Algumas condições ideais são necessárias para uso preparativo e analítico.
Substâncias de diferentes tamanhos também podem ser analisadas de forma otimizada dependendo do tamanho de poro da sílica modificada.
Os modos de fase reversa VDSpher OptiAqua e OptiAqua PUR disponíveis são mostrados na **Tabela 9.**

As substâncias mais comuns são:

- antibióticos
- biomoléculas
- drogas
- nucleobases
- ácidos orgânicos
- parabenos
- pesticidas
- sulfonamidas
- vitaminas solúveis em água
- xantinas

VDSpher® OptiAqua e OptiAqua PUR Reversed Phase Modifications

Phase	Available Pore Sizes [Å]	Carbon Content [%]	Analyte Size [g/mol]	USP Code
OptiAqua C18	100	13.0	30 - 800	L1
OptiAqua C8	100	8.1	30 - 800	L7
OptiAqua PUR C18	100, 150	100 Å: 13.0 150 Å: 7.0	100 Å: 30 - 800 150 Å: 120 - 3200	L1
OptiAqua PUR C18-LL	100	100 Å: 10.5	30 - 800	L1
OptiAqua PUR C8	100	8.1	30 - 800	L7
OptiAqua PUR C4	100	6.5	30 - 800	L26

Tabela 9: *Modificações VDSpher® OptiAqua e OptiAqua PUR para fase reversa.*

Todas as fases VDSpher OptiAqua são estáveis na faixa de pH 2 a 7,5 e podem ser usadas sem restrições até temperaturas de 60°C. Os tamanhos de partículas disponíveis podem ser obtidos através de seu distribuidor local.

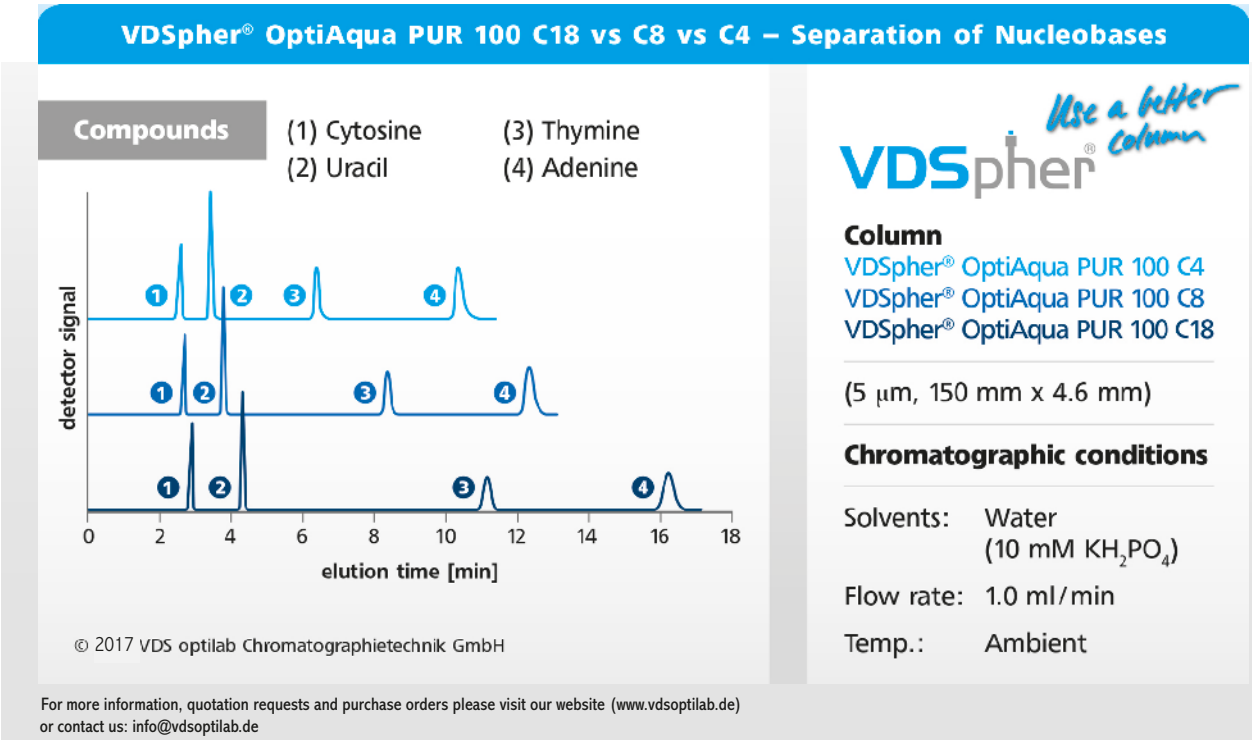


Figura 10: *Separação de bases nitrogenadas com as diferentes fases de VDSpher® OptiAqua PUR.*

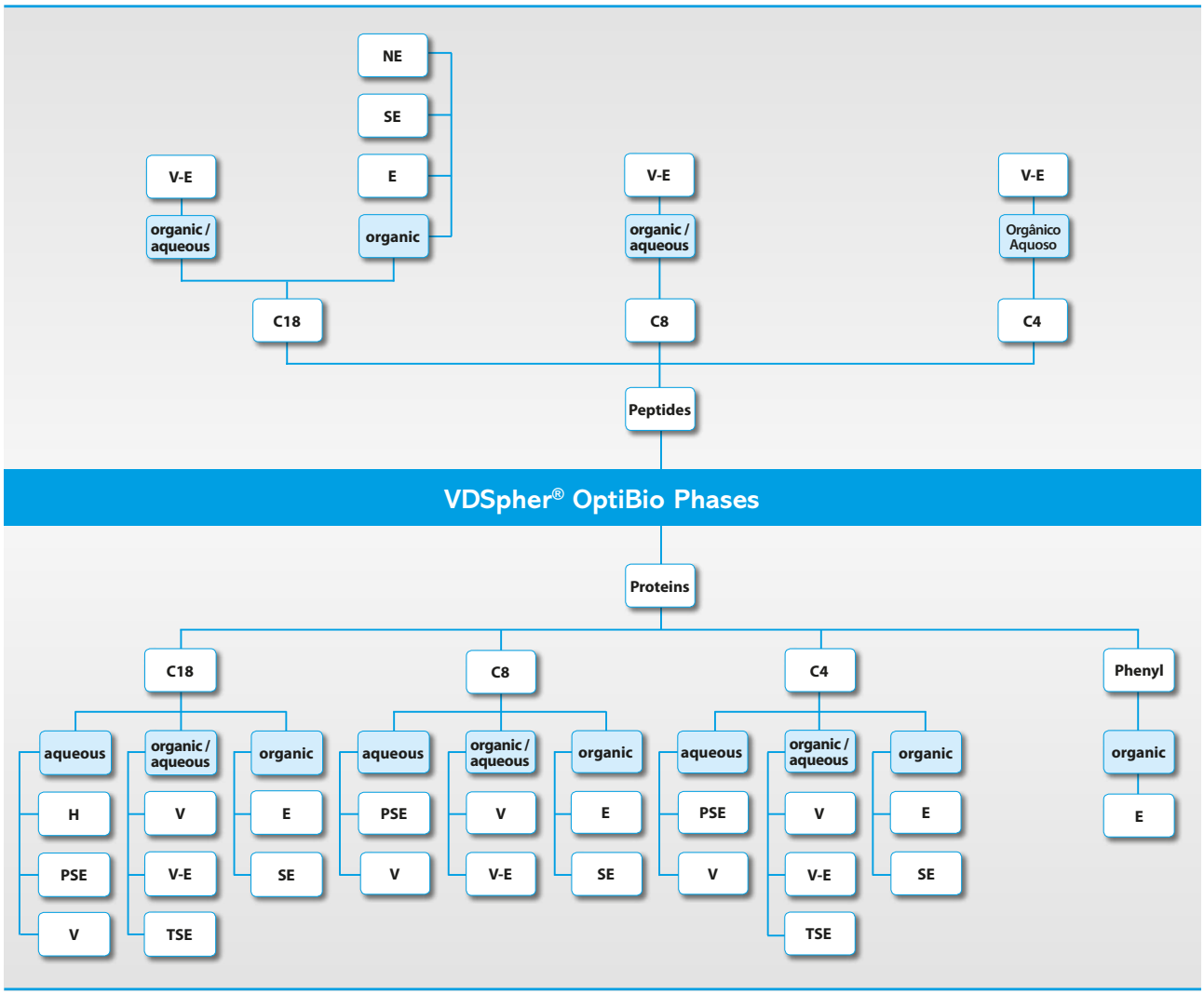
Fases VDSpher® OptiBio

As fases VDSpher OptiBio foram desenvolvidas especialmente para análise bioquímica, como por exemplo separação de proteínas e péptidos. Um total de 28 fases com diferentes modificações e tamanhos de poros e diâmetros de partículas estão disponíveis, ideais para uma ampla gama de aplicações. A **Tabela 10** oferece ma resumo das modificações da fase reversa VDSpher OptiBio e OptiBio PUR bem como suas especificações físicas.

Os analitos que podem ser analisados com as colunas VDSpher OptiBio são: anticorpos, oligonucleótidios, péptidos e proteínas, bem como outras biomoléculas. Dependendo do diâmetro dos poros da fase VDSpher OptiBio, analitos de diferentes tamanhos e estruturas podem ser aplicados (**Tabela 11,** página 21).

Selection of Pore Size According to Molar Mass Range of the Analytes		
Pore Size [Å]	**Spherical Analytes [g/mol]**	**Cylindrical Analytes [g/mol]**
200	250 - 6500	100 - 2800
300	800 - 21500	350 - 9500

Tabela 10: *Seleção do poro conforme a variação da massa molar do analito.*



As modificações diferem em termos de hidrofobicidade conforme mostrado na **Figura 11,** usamos como exemplo apenas as fases C18. As modificações C18-V, C18-V-E e C18-TSE são extremamente hidrofóbicas, as C18-SE e C18-E possuem média hidrofobia. Consequentemente, as C18-PSE e C18-H possuem propriedades hidrofílicas.

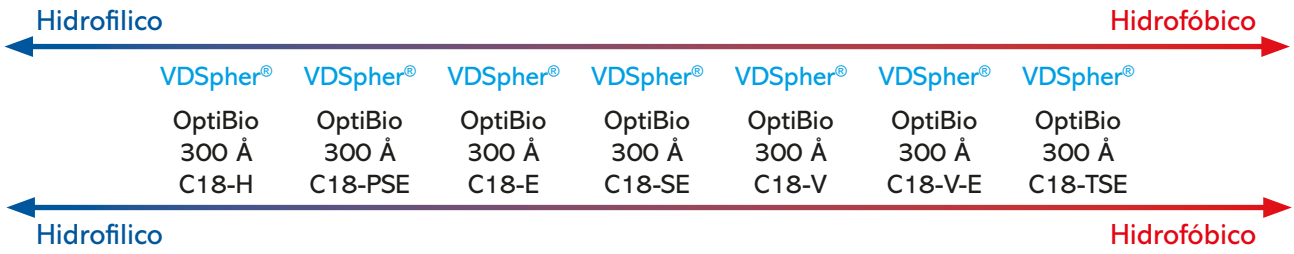


Figura 11: *Variação da hidrofobicidade conforme modificações da VDSpher® OptiBio C18.*

VDSpher® OptiBio e OptiBio PUR Reversed Phase Modifications					
Phase	Available Pore Size [Å]	Endcapping	pH Range	Max. H_2O Content Eluent [%]	USP Code
OptiBio C18-E	200, 300	yes	2 - 7.5	90	L1
OptiBio C18-NE	200	no	2 - 7.5	95	L1
OptiBio C18-SE	200	yes (special)	2 - 9	95	L1
OptiBio C18-V	300	no	2 - 7.5	100	L1
OptiBio C8-E	300	yes	2 - 7.5	90	L7
OptiBio C8-V	300	no	2 - 7.5	100	L7
OptiBio C4-E	300	yes	2 - 7.5	90	L26
OptiBio C4-V	300	no	2 - 7.5	100	L26
OptiBio PUR C18-E	300	yes	2 - 7.5	90	L1
OptiBio PUR C18-SE	300	yes (special)	2 - 9	95	L1
OptiBio PUR C18-V-E	200, 300	yes	2 - 7.5	100	L1
OptiBio PUR C18-TSE	300	yes (special)	2 - 10	100	L1
OptiBio PUR C18-H	300	yes (polar)	2 - 7.5	100	L1
OptiBio PUR C18-PSE	300	yes (hydrophilic)	2 - 8	100	L1
OptiBio PUR C8-E	300	yes	2 - 7.5	90	L7
OptiBio PUR C8-SE	300	yes (special)	2 - 9	95	L7
OptiBio PUR C8-V-E	200, 300	yes	2 - 7.5	100	L7
OptiBio PUR C8-PSE	300	yes (hydrophilic)	2 - 8	100	L7
OptiBio PUR C4-E	300	yes	2 - 7.5	90	L26
OptiBio PUR C4-SE	300	yes (special)	2 - 9	95	L26
OptiBio PUR C4-V-E	200, 300	yes	2 - 7.5	100	L26
OptiBio PUR C4-TSE	300	yes (special)	2 - 9	100	L26
OptiBio PUR C4-PSE	300	yes (hydrophilic)	2 - 8	100	L26
OptiBio PUR Phenyl-E	300	yes	2 - 7.5	90	L11

Tabela 11: *Modificações VDSpher® OptiBio e OptiBio PUR para fases reversas.*

Todas as modificações VDSpher OptiBio são estáveis em uma grande faixa de pH e podem ser usadas em sistemas com temperaturas de até 65°C. Eluentes com alto teor de água podem ser aplicados para todas as fases VDSpher OptiBio. Os tamanhos de partículas disponíveis podem ser obtidos através de nossa lista de produtos.

Fases VDSpher® MS

A espectrometria de massa está se tornando um método cada vez mais essencial na rotina diária dos laboratórios. As exigências analíticas LC/MS são baseadas na concepção de colunas HPLC. Para reduzir a quantidade de solvente e para garantir o vácuo criado no espectrômetro de massa, as colunas com dimensões menores são normalmente preferidas. Para assegurar altas resoluções, sílicas com partículas de tamanhos menores são recomendadas para a coluna. As VDSpher MS satisfazem este requisito com fases de 2,5 µm. Para análises com menor exigências de resolução, a VDS oferece colunas 4 µm.
A princípio qualquer coluna VDSpher pode ser usada para LC/MS. Devido a alta sensibilidade de detecção do método, a técnica LC/MS pode apontar impurezas de corridas anteriores, por este motivo as fases VDSpher MS são selecionadas, nossas fases são especialmente produzidas para evitar este efeito.
No total, dez modificações diferentes estão disponíveis. As fases C18 oferecem diversas opções para aplicações hidrofílicas (C18-H, C18-LC-H) e hidrofóbicas (C18-DE, C18-B-DE).
A fase C18-B (sem endcapping) oferece média hidrofobicidade. Assim como nas outras linhas, a VDSpher MS também oferece fases hidrofóbicas para as modificações C8, C4, Fenil e CN.
O tamanho do poro das fases VDSpher MS são de 100 Å. As fases normal e reversa para poros de 100 Å são mostradas na **Tabela 12.**

VDSpher® MS 100 Normal and Reversed Phase Modifications				
Phase	**Endcapping**	**Carbon Content [%]**	**pH Range**	**USP Code**
VDSpher® MS 100 C18-E	yes (special)	17.1	2 - 7.5	L1
VDSpher® MS 100 C18-DE	yes (special)	17.2	2 - 9	L1
VDSpher® MS 100 C18-B	no	17.7	2 - 7.5	L1
VDSpher® MS 100 C18-B-DE	yes (special)	20.1	1 - 11	L1
VDSpher® MS 100 C18-H	yes (polar)	11.5	2 - 7.5	L1
VDSpher® MS 100 C18-LC-H	yes (hydrophilic)	13.5	2 - 8	L1
VDSpher® MS 100 C8-B-DE	yes (special)	11.2	2 - 10	L7
VDSpher® MS 100 C4-B-DE	yes (special)	7.3	2 - 9	L26
VDSpher® MS 100 Phenyl-DE	yes	10.9	2 - 9	L11
VDSpher® MS 100 CN-DE	yes	7.2	2 - 9	L10
VDSpher® MS 100 CN-DE-RP	yes	7.2	2 - 9	L10

Tabela 12: *Modificações VDSpher® MS 100 para fase normal e reversa.*



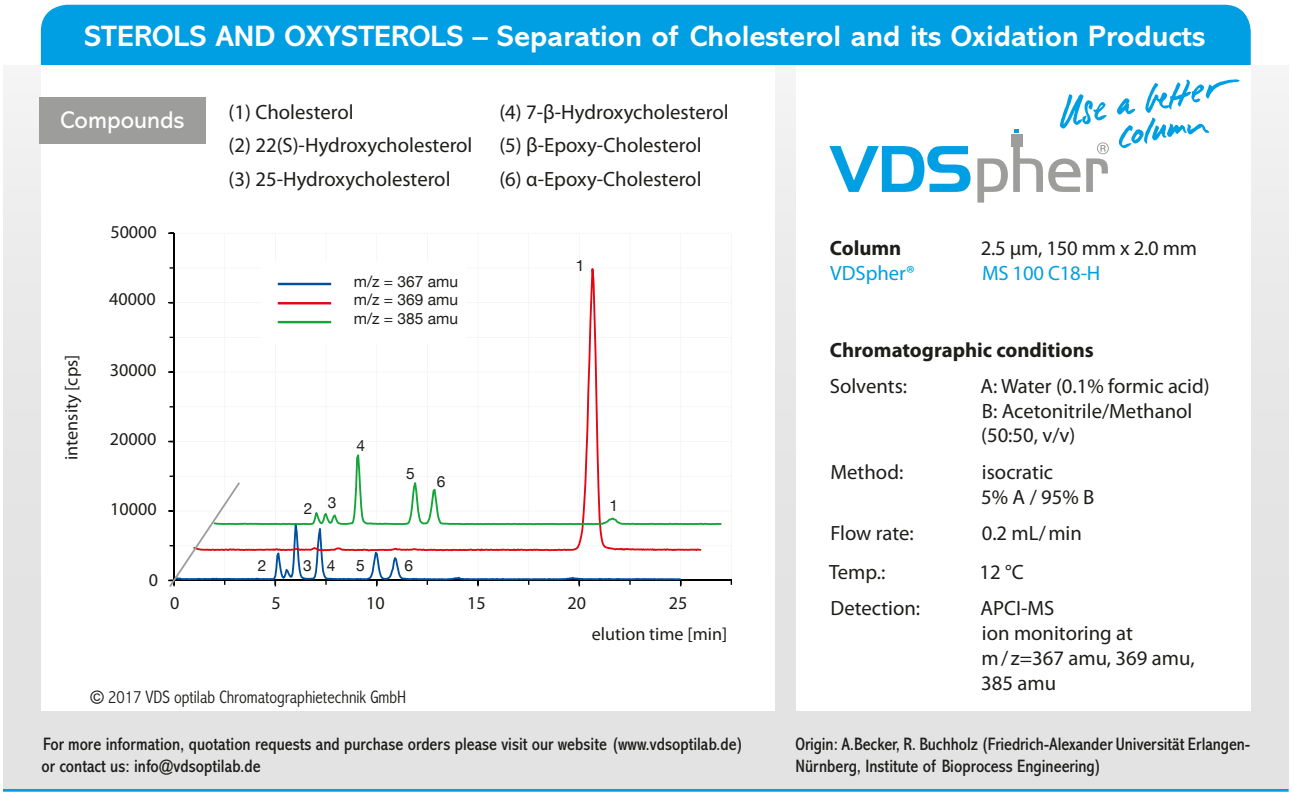


Figura 12: *Separação do colesterol e produtos de oxidação com a coluna VDSpher® MS 100 C18-H.*

VDSpher® para Aplicações Preparativas

A qualidade VDSpher também está presente em escalas HPLC semi-preparativas e preparativas. Os clientes dos setores de pesquisa e desenvolvimento, bem como do controle de qualidade de novas instalações nas grandes empresas da indústria química e farmacêutica usam diferentes modificações VDSpher para purificar e analisar suas substâncias. A excelente escalabilidade preferida em aplicações semi-preparativas e preparativas, permite a simples mudança de pequenos diâmetros de partículas (1,8 µm a 5 µm) para tamanhos maiores (7 µm, 10 µm, 15 µm, 30 µm e superiores).
Algumas modificações na linha VDSpher Classic estão disponíveis para poros de 75 Å. A alta superfície destes materiais (500 m^2/g), permite a purificação de grandes quantidades, reduzindo custo e tempo durante o processo.Todos os »bulks« das linhas VDSpher Classic e PUR podem ser utilizados em escala semi-preparativa e preparativa. Para obter o melhor empacotamento possível de coluna, recomendamos as fases VDSpher Classic, especialmente para colunas com diâmetro interno de 20 mm ou mais. A **Tabela 13** (consulte página 24) fornece informações sobre as dimensões das colunas. A VDS oferece também tamanhos customizados mediante requisições, consulte seu representante VDS.

Oferecemos colunas HPLC preparativas com diâmetros internos de 25 mm, 32 mm, 40 mm, 50 mm e 63 mm, além de serviço completo para o refil das colunas para redução de custos de hardware.

Normally Available Column Dimensions for Semi-Preparative and Preparative Applications	
Inner Diameter [mm]	**Column Lengths [mm]**
8.0	30 / 40 / 125 / 250
10.0	50 / 150 / 250
16.0	30 / 60 / 125 / 250
20.0	30 / 50 / 100 / 125 / 150 / 250

Tabela 13: *Especificações das colunas mais utilizadas para método preparativo e semi-preparativo.*

A VDS oferece também modificações na linha VDSpher PUR para partículas com 7 µm. Este tamanho de partícula representa uma variação/ opção valiosa para a faixa de 5 µm a 10 µm: Menor pressão do que 5 µm e maior números de pratos do que 10 µm. Este fato está ilustrado na **Tabela 14,** a mesma demonstra comparações de três colunas da fase VDSpher PUR 100 C18-E, com partículas de 5 µm, 7 µm e 10 µm para uma coluna com dimensões de 250×4,6mm. O comparativo de pressão das colunas mostram que a coluna com 7 µm oferece com dificuldade quase o dobro da pressão criada pela coluna de 10 µm, entretanto apenas metade da pressão causada pela coluna com tamanho de partícula de 5 µm. Sendo assim, os números de pratos da fase de 7 µm proporcionam um ganho claro em comparação da coluna com bulk de 10 µm. Em resumo: qualquer aplicação que possa aumentar a pressão oferecida pela coluna com partícula de 10 µm, pode prosseguir com o uso de uma coluna com 7 µm sem se preocupar com alto nível de alteração, da mesma maneira, processos que necessitem de redução na pressão para uma faixa menor, mas não tão baixa, pode alterar o uso de 5 µm para 7 µm, sem correr o risco de perder eficiência na separação. As fases VDSpher com partícula de 7 µm estão disponíveis mediante solicitação.

Standard Separation for Performance Determination of VDSpher® RP 7 µm Phases

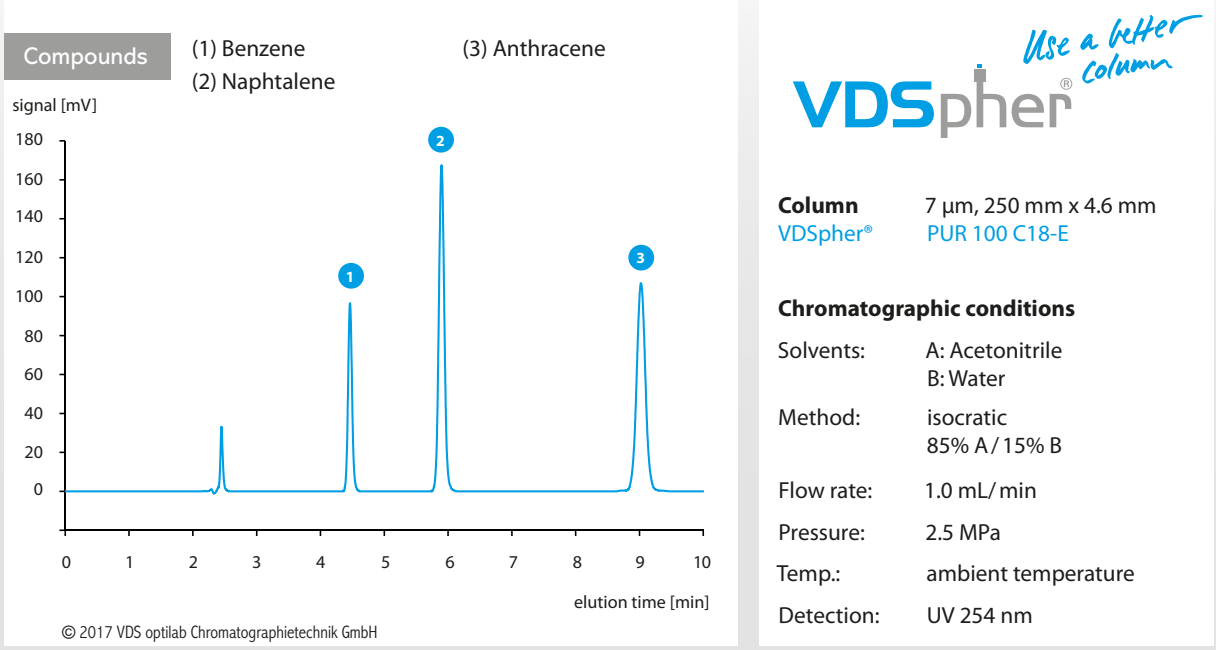


Figura 13: *Separação padrão de uma coluna VDSpher® PUR 100 C18-E com partícula de 7 µm.*

Comparison of Pressure and Number of Theoretical Plates per Meter for VDSpher® PUR 100 C18-E		
Particle Size [µm]	**Pressure [bar]**	**N/m (Anthracene Peak)**
5	48	111000
7	25	83000
10	14	54000

Tabela 14: *Comparação da pressão e pratos teóricos em uma coluna VDSpher® PUR 100 C18-E com partículas de 5 µm, 7 µm e 10 µm.*

Fases VDSpher® Flash

A cromatografia Flash é um método bastante econômico e geralmente empregado para limpeza e extração de matérias-primas em processos de síntese, química combinada e também em farmacocinética. O alto teor de metais na matriz da sílica empregada nessas aplicações refletem na eficiência limitada do método e podem causar efeitos negativos na reprodutibilidade.

As fases VDSpher apresentam sílicas esféricas e significante melhoria na seletividade, tornando a separação mais eficiente e aumentando a capacidade do produto. As fases VDSpher Flash são caracterizadas por baixa contrapressão, baixo teor de metal, excelente distribuições no tamanho das partículas e baixos custos, ou seja, uma relação preço/desempenho muito boa. A distribuição uniforme do tamanho das partículas proporciona boa resolução e consequentemente alta capacidade das colunas Flash em baixa contrapressão.
No contexto da seletividade, as fases listadas na **Tabela 15** (veja pág. 26) correspondem as fases VDSpher para HPLC em escala analítica (colunas com menores tamanhos de partículas estão disponíveis mediante solicitação). Essa referência permite o escalonamento simpels de HPLC para cromatografia Flash. A VDSpher Flash AP é ideal para fase normal amino, especialmente para a purificação de compostos alcalinos, a sílica também pode ser usada em fase reversa (HILIC) para separações de açúcar ou como adsorventes (eliminadores de metais).
Uma amina primária e secundária estão ligadas na fase VDSpher Flash DAP, essa condição resulta em maior capacidade de troca ionica. Em fase normal, os tempos de retenção são mais curtos comparando-se com a fase AP. Além dos tamanhos de partículas listados na **Tabela 15,** também estão disponíveis partículas com diâmetros de 120 µm (distribuídos entre 70 a 170 µm). Os bulks das fases VDSpher Flash podem ser usados nas seguintes tecnologias de separação:



– Flash 30 µm:	separações HPLC / cromatografia flash
– Flash 55 µm:	cromatografia flash
– Flash 120 µm:	cromatografia de coluna (coluna aberta)

VDSpher® Flash Phase Modifications			
Phase	**Particle Size [µm]**	**Endcapping**	**pH Range**
Flash 60 SIL	55	no	2 - 8
Flash 75 SIL	30, 55	no	2 - 8
Flash 100 SIL	30, 55	no	2 - 8
Flash 100 C18-E	30	yes	3 - 7.5
Flash 100 C18-H	30, 55	yes (polar)	3 - 7.5
Flash 100 C18-M-E	30, 55	yes	2 - 7.5
Flash 100 C4-H	30, 55	yes (polar)	3 - 7.5
Flash 100 C4-M-E	30, 55	yes	2 - 7.5
Flash 100 Diol	30, 55	no	2 - 8
Flash 100 AP	30, 55	no	2 - 8
Flash 100 DAP	30, 55	no	2 - 8

Tabela 15: *Modificações da fase VDSpher® Flash.*

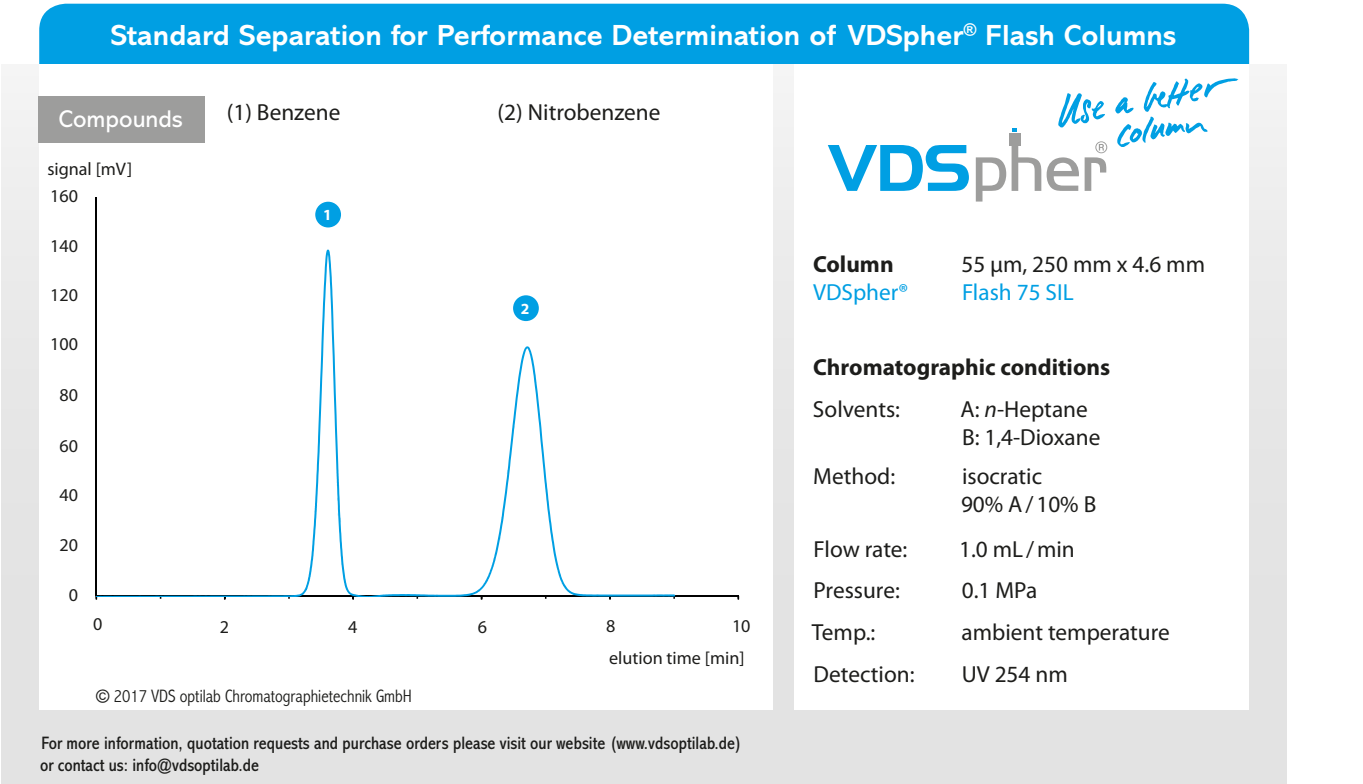


Figura 14: *Separação padrão com coluna VDSpher® Flash 75 SIL.*

A VDS optilab oferece seu melhor para atender as solicitações e necessidades de seus clientes. Oferecemos dimensões especiais de colunas mediante solicitações. Envie seu pedido para que possamos preparar uma cotação ou procure um de nossos distribuidores.
Utilize nossa experiência para resolução de problemas triviais. Nossos especialistas responderão suas dúvidas de forma rápida e descomplicada, além de orientar na seleção da melhor coluna VDSpher para sua aplicação e também na otimização da rotina analítica.
Você também pode fazer uso de nossas ofertas para colunas teste.Encontre maiores informações em nossa página:

http://vdsoptilab.de/index-en.html

Informações sobre todos os produtos e soluções VDS optilab para cromatografia analítica, semi-preparativa e preparativa, incluindo nossas próprias marcas VDSpher® e Optigel.

VDS optilab

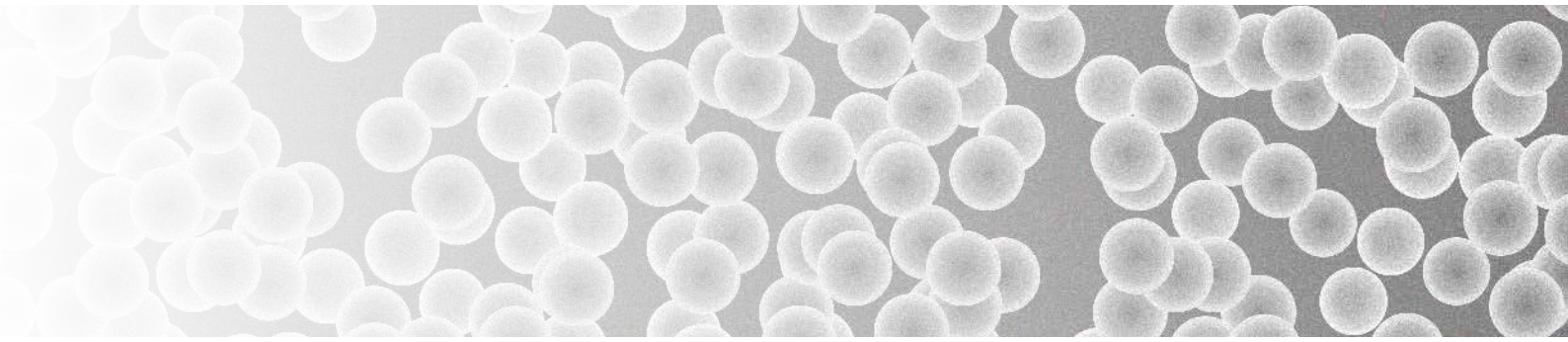
VDS optilab Chromatographietechnik GmbH
Wiesenweg 11a
D-10365 Berlin
Tel: +49-(0)30-55 15 39 01
Fax: +49-(0)30-55 15 39 03
E-mail: info@vdsoptilab.de
Internet: www.vdsoptilab.de

VDSpher® é uma marca registrada
da VDS optilab Chromatographietechnik GmbH

Your sales and service partner:

Image credits: © nathaliekern.de





VDS optilab
Chromatographietechnik GmbH
Wiesenweg 11a
D-10365 Berlin

Phone: +49-(0)30-55 15 39 01
Fax: +49-(0)30-55 15 39 03
E-mail: info@vdsoptilab.de
Web: www.vdsoptilab.de