

Comparación de Valoración de Ergotamina Tartrato utilizando un Cromatógrafo Líquido Agilent Technologies Serie 1200 SL Rapid Resolution

Autores: Diego Tamasi (Química Montpellier), Diego Orpianesi (Química Montpellier), José Luis Castiglione (Analytical Technologies).



Introducción

La combinación de ergotamina, dipirona y cafeína se usa para prevenir y tratar las migrañas. La ergotamina funciona en conjunto con la cafeína al prevenir que los vasos sanguíneos se expandan provocando cefaleas.

En esta nota técnica se demuestra la ganancia en productividad, para el análisis de rutina de estos medicamentos, cuando se utiliza un equipo de Rápida Resolución marca Agilent Technologies serie 1200 SL, al mejorar tanto la selectividad como la sensibilidad.

Parte experimental

Equipo 1: El laboratorio utiliza normalmente un Cromatógrafo Líquido Agilent Technologies Serie 1100 configurado de la siguiente manera:

Detector por arreglo de Diodos con frecuencia de 20 Hz máximo para toma de datos, celda de 13ul.

Bomba en modo isocrático

Termostatizador de columna

Inyector automático

Columna : Phenomenex Luna C8 de 75 mm, 4,6 mm, 3um

Fase móvil : Buffer fosfato 0,01M – PIC B7 0,005M – TEA 0,3% - pH 3,0 (70%)
Acetonitrilo (30%)

Flujo : 2 ml/min

Temperatura del termostatizador de columna : 40°C

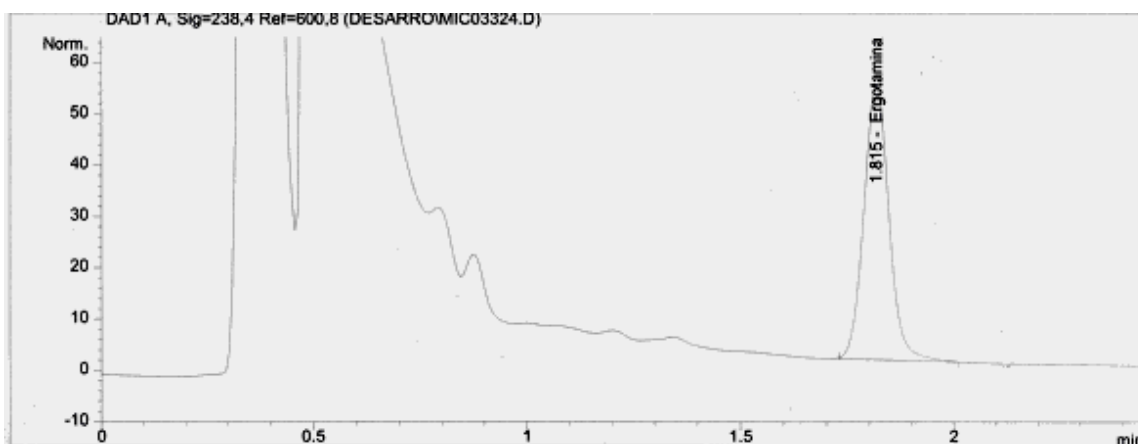
Volumen de inyección : 25 ul

Detección : Longitud de onda analítica 230 nm con ancho de banda de 8 nm, longitud de onda de referencia : 500 nm con ancho de banda de 8 nm

Tiempo de corrida de 2,7 minutos.
Solvente de inyección : Metanol – Ácido tartárico 1% (50:50).
Solución estándar : 10 ug/ml en solvente de inyección.

Test de adecuación :
Inyectar por quintuplicado la solución estándar. En las condiciones establecidas, el pico de ergotamina aparecerá a los 2,0 minutos aproximadamente. El número de platos teóricos no deberá ser menor a 1500, el factor de tailing deberá ser menor a 2,5 y el RSD entre inyecciones deberá ser menor a 2,0%.

Cromatograma ejemplo:



Equipo 2 : Se utilizó un Cromatógrafo Líquido Agilent Technologies Serie 1200 SL con la siguiente configuración:

Detector por arreglo de diodos SL con frecuencia de 80 Hz máximo para toma de datos, celda de flujo de 5 ul con 6 mm de paso óptico.

Bomba binaria SL utilizada en modo isocrático, termostizador de columna SL (temperatura máxima 100°C), inyector automático de alta productividad SL.

Columna : Zorbax Eclipse Plus C18 RRHT de 50 mm, 2,1 mm, 1,8 um.

Fase móvil : Buffer fosfato 0,01M – PIC B7 0,005M – TEA 0,3% - pH 3,0 (70%)
Acetonitrilo (30%).

Flujo : 0,8 ml/min

Temperatura del termostizador de columna : 60°C.

Volumen de inyección : 10 ul.

Detección : longitud de onda analítica 320 nm con ancho de banda de 8 nm, longitud de onda de referencia 400 nm con ancho de banda de 100 nm.

Tiempo de corrida : 0,9 minutos.

Solvente de inyección : Metanol – Ácido tartárico 1% (50:50).

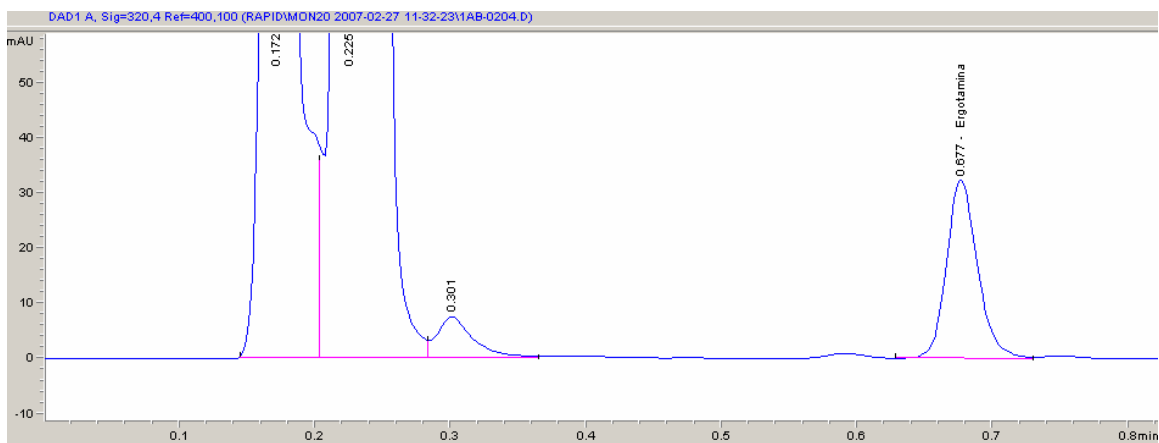
Solución estándar : 10 ug/ml en solvente de inyección.

Test de adecuación:

Inyectar por quintuplicado la solución estándar. En las condiciones establecidas, el pico de ergotamina aparecerá a los 0,67 minutos aproximadamente. El número de platos teóricos no deberá

ser menor a 1500, el factor de tailing deberá ser menor a 2,5 y el RSD entre inyecciones deberá ser menor a 2,0%.

Cromatograma ejemplo:



Resultados y conclusión:

De los ejemplos graficados se deduce tanto la ganancia en velocidad de análisis como las mejoras en la resolución y en la sensibilidad.

Se pueden observar las escalas de altura de pico, donde el análisis realizado con el equipo 1100 da una altura de pico de alrededor de 55 mAu, habiendo inyectado 25 ul,, mientras que en el equipo 1200SL la altura del pico es de alrededor de 32 mAu, habiendo inyectado 10 ul de la misma solución.

Para usuarios donde la productividad es un factor determinante, los sistemas Agilent Technologies serie 1200 SL son una excelente solución manteniendo la gran calidad que caracteriza a este fabricante de equipos analíticos.

Se debe tener en cuenta que los módulos para Rapid Resolution permiten la práctica de estas técnicas de alta velocidad ya que soportan presiones hasta 600 bar, el detector trabaja con velocidades de toma de datos de hasta 80 Hz asegurando la correcta integración de picos muy angostos. Además los termostatazadores de columna llegan hasta 100°C, lo que favorece el trabajo con columnas de muy bajo tamaño de partícula sin superar los límites de presión de las fases estacionarias .

Otra característica destacable de la serie 1200 SL es que tanto puede utilizarse con columnas de resolución media como con columnas de alta resolución.

Tabla comparativa :

	1100	1200 SL	Mejora
Tiempo de retención	1,815 min.	0,677 min.	- 63%
Sensibilidad	55 mAu/25 ul	32 mAu/10 ul	+ 45%