



Applicazione descritta: Micotossine nell'olio di CBD di cannabis con la colonna Raptor bifenilica

Analisi ad alto rendimento delle micotossine nell'olio di CBD di cannabis con una semplice purificazione del campione e un'eccellente sensibilità LC-MS/MS

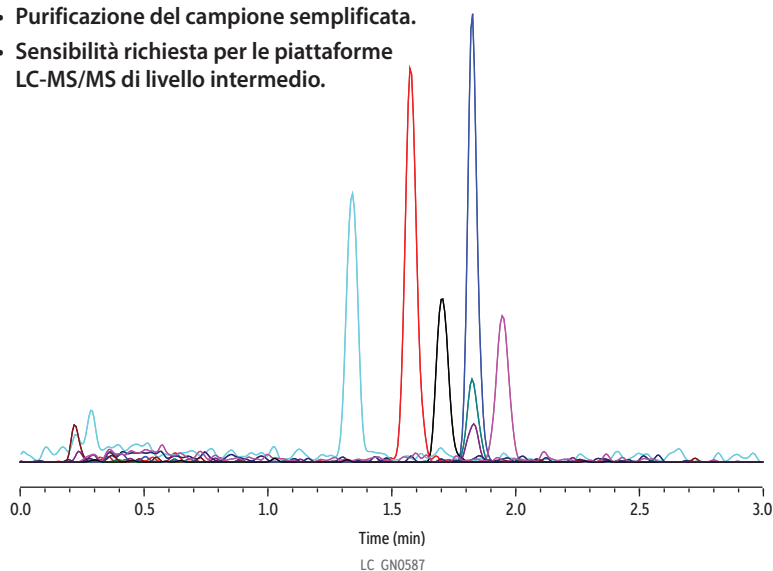
- Analizza un maggior numero di campioni per turno con un ciclo rapido della durata totale di soli 3 minuti.
- Rimuovi le interferenze della matrice in un unico step purificando il campione con le cartucce SPE Resprep.
- Ottieni un'ottima sensibilità in matrice fino a livelli di 2 ng/g con la strumentazione tradizionale.

Le aflatossine e le ocratossine destano sempre più preoccupazione nell'industria della cannabis, poiché questi metaboliti fungini secondari, se ingeriti, possono causare gravi malattie e talvolta la morte. Le colture possono subire l'attacco da parte dei funghi a partire dal seme fino allo stoccaggio, quindi le possibilità di contaminazione sono molteplici. Pertanto, per tutelare la salute dei consumatori e garantirne la sicurezza, emerge l'esigenza di effettuare dei test per individuare la presenza di micotossine sia nelle materie prime vegetali sia nei prodotti finiti a base di cannabis. L'analisi delle micotossine nell'olio di cannabis è particolarmente critica perché i lipidi presenti nel campione possono generare interferenze isobare della matrice, oltre a provocare una soppressione ionica che può ridurre l'accuratezza, soprattutto a livello di tracce.

Per la preparazione del campione nelle analisi delle micotossine nella cannabis vengono comunemente impiegate le colonne di immunoaffinità (IAC). Tuttavia, le IAC contribuiscono in modo significativo alla complessità generale del metodo, ai tempi e ai costi associati a questo tipo di analisi. I metodi IAC richiedono una procedura elaborata, in quanto sono necessarie numerose fasi di condizionamento e lavaggio. Inoltre, dato che le colonne di questo tipo sono tossino-specifiche, i laboratori devono utilizzare più IAC per poter analizzare tutte le micotossine di interesse.

In questo studio, come alternativa alle IAC, è stato sviluppato un semplice metodo di purificazione attraverso le cartucce SPE Resprep, applicato agli oli di CBD ad alto contenuto lipidico. Gli eccellenti risultati cromatografici ottenuti sia con le aflatossine sia con le ocratossine, persino a livelli di 2 ng/g, hanno dimostrato che questa tecnica semplificata di preparazione del campione ha effettivamente rimosso le interferenze lipidiche. La purificazione del campione SPE è stata associata a una rapida analisi LC-MS/MS effettuata utilizzando una colonna Raptor bifenilica. Grazie alla polarizzabilità e alla selettività unica della colonna Raptor bifenilica, tutti gli analiti target sono stati separati efficacemente con una veloce analisi della durata di soli 3 minuti, confermando la superiorità di questo metodo rispetto alle colonne IAC per un'analisi ad alto rendimento delle micotossine nell'olio CBD di cannabis.

- Tempo di ciclo di 3 minuti.
- Purificazione del campione semplificata.
- Sensibilità richiesta per le piattaforme LC-MS/MS di livello intermedio.



Peaks	tr (min)	Precursor Ion	Product Ion 1	Product Ion 2
1. Aflatoxin G2-13C17	1.340	348.3	330.3	—
2. Aflatoxin G1-13C17	1.576	346.3	257.3	—
3. Aflatoxin B2-13C17	1.703	332.3	303.3	—
4. Ochratoxin A	1.824	404.3	239.1	358.3
5. Ochratoxin A-13C20	1.825	424.3	250.2	—
6. Aflatoxin B1-13C17	1.947	330.3	301.4	—

Column: Raptor Biphenyl (cat.# 9309A52); Dimensions: 50 mm x 2.1 mm ID; Particle Size: 2.7 µm; Pore Size: 90 Å; Guard Column: Raptor Biphenyl EXP guard column cartridge 5 mm, 2.1 mm ID, 2.7 µm (cat.# 9309A0252); Temp.: 35 °C; **Sample:** Diluent: 45:55 Water:Methanol; Inj. Vol.: 5 µL; **Mobile Phase:** A: Water, 2 mM ammonium formate, 0.1% formic acid; B: Methanol, 2 mM ammonium formate, 0.1% formic acid; **Gradient (%B):** 0.00 min (65%), 2.00 min (90%); 2.01 min (65%); 3.00 min (65%); **Flow:** 0.7 mL/min; **Detector:** MS/MS; Ion Mode: ESI+; Mode: MRM; **Instrument:** UHPLC; **Notes:** 0.25 g of commercially available hemp-derived CBD oil was weighed into a 2 mL vial. A working internal standard was prepared using 13C labeled analogs at a concentration of 250 ng/mL in methanol. 10 µL of the working internal standard was aliquoted into the sample followed by vortexing for 10 seconds at 3,000 rpm. 1 mL of 45:55 H₂O:MeOH was added to the sample. The sample was vortexed for 30 seconds at 3,000 rpm. The sample was then centrifuged at 3,000 xg for 5 min at 10 °C. 750 µL of the supernatant was transferred to a conditioned (1 mL 45:55 water:methanol) Resprep bonded reversed phase SPE cartridge (Restek cat.# 26030). The sample was pulled through under vacuum into an autosampler vial for LC-MS/MS analysis.



Cartucce SPE Resprep (a fase inversa legata)

Adsorbenti a base di silice idrofobica (non polare); utilizzate per estrarre gli analiti idrofobici da matrici polari, come l'acqua (per esempio i pesticidi dall'acqua).

Dove non diversamente specificato, tutte le cartucce vengono prodotte utilizzando polipropilene ad alta densità e sono dotate di frit in polietilene.

Le cartucce possono essere trattate con una qualsiasi di queste tecniche: a pressione positiva, ampolla con braccio laterale, centrifuga o collettore da vuoto.

	1 mL/100 mg (100 pz.)	3 mL/200 mg (50 pz.)	3 mL/500 mg (50 pz.)	6 mL/500 mg (30 pz.)	6 mL/1.000 mg (30 pz.)	60 mL/10 g (16 pz.)
C18 (end-capped)	26030	26031	24050	24052	24051	26035



Collettore SPE Resprep da 12 o 24 porte

- Utilizzabile con qualsiasi cartuccia SPE con terminale Luer maschio standard.
- Le guide campione in PTFE inerte riducono la cross-contaminazione e il carryover.
- Il rack di raccolta campioni flessibile può ospitare una grande varietà di recipienti.
- Valvola di rilascio rapido del vuoto per un miglior controllo del sistema.
- Le valvole singole consentono il controllo del vuoto per ogni cartuccia, migliorando la riproducibilità.

Descrizione	Qtà	cat.#
Collettore SPE Resprep completo da 12 porte (comprende: vaschetta in vetro con vacuometro integrato (1); coperchio in polipropilene con 12 valvole di controllo singole (1); rack di raccolta da 12 posti (1); guide campione in PTFE (12); e contenitore rifiuti (1).)	kit	26077

Nota bene: Il contenitore rifiuti di ricambio non è incluso nel kit del collettore da 24 porte (cat.# 26080).

*Il contenitore rifiuti (visibile nel serbatoio) e il ripiano superiore per le ampolle a fondo tondo non sono inclusi nel kit del collettore da 24 porte (cat.# 26080).



Kit convenienza di vial per autocampionatore da 2,0 mL, filettatura di 8 mm

- Vial confezionati in un vassoio con coperchio trasparente.
- Tappi preassemblati con setti confezionati separatamente in una busta di plastica.
- Tappi a foro aperto in polipropilene nero e setti in PTFE/silicone rossi da 8 mm, 0,065".

Descrizione	100 pz. cat.#	1.000 pz. cat.#
Vial ambrato da 2,0 mL, non trattato, tappo nero, setti in PTFE/silicone rossi, 0,065"	21194	21195

Filtro per solvente in vetro Bluestem

- Il filtro per solvente in vetro Bluestem di Restek assicura una fase mobile pulita per una maggiore durata delle colonne e delle guarnizioni della pompa.
- Il frit da 15 µm in vetro borosilicato si trova più in basso dei tradizionali filtri in vetro per estrarre più fase mobile da ogni bottiglia.
- Lo stelo del filtro di colore blu consente la conferma visiva istantanea dell'orientamento verticale del filtro.
- Si collega al tubo in PTFE standard 1/8" OD (3,2 mm) utilizzando l'adattatore frit esistente (venduto anche separatamente, cat.# 26392).



Previene la penetrazione nello strumento del particolato e della crescita microbica presenti nei solventi LC grazie al nuovo filtro per solvente in vetro Bluestem di Restek.

Descrizione	Simile al componente Agilent n°	Qtà	cat.#
Filtro per solvente in vetro, frit da 15 µm	5041-2168	cad.	26431
Adattatore Frit in PTFE	5062-8517	4 pz.	26392

Colonne LC Raptor bifeniliche (USP L11)

Lunghezza	2,1 mm cat. #	3,0 mm cat. #	4,6 mm cat. #
Colonne da 1,8 µm			
30 mm	9309232	—	—
50 mm	9309252	930925E	—
100 mm	9309212	930921E	—
150 mm	9309262	—	—
Colonne da 2,7 µm			
30 mm	9309A32	9309A3E	9309A35
50 mm	9309A52	9309A5E	9309A55
100 mm	9309A12	9309A1E	9309A15
150 mm	9309A62	9309A6E	9309A65
Colonne da 5 µm			
30 mm	—	930953E	—
50 mm	9309552	930955E	9309555
100 mm	9309512	930951E	9309515
150 mm	9309562	930956E	9309565
250 mm	—	—	9309575



Cartucce per precolonna Raptor EXP

- L'architettura Free Turn permette di sostituire le cartucce manualmente senza staccare le connessioni di entrata ed uscita della linea di flusso. Non sono necessari attrezzi.
- Le ferrule brevettate in titanio ibrido possono essere installate ripetutamente, senza compromettere la tenuta ad alta pressione.
- Grazie alla struttura autoregolante, la connessione ZDV (volume morto nullo) è garantita per qualsiasi filetto femmina 10-32.

Per aiutarti a proteggere il tuo sistema e prolungare ulteriormente la vita delle robuste colonne LC, Restek offre l'hardware (in attesa di brevetto) della precolonna sviluppato da Optimize Technologies. Una precolonna LC Restek in un holder per cartuccia EXP a connessione diretta è la soluzione ideale per la protezione della colonna, in particolare quando si usano tecniche di preparazione dilute-and-shoot o altre tecniche con preparazione del campione limitata.



Descrizione	Particelle: Dimensione	Qtà	5 x 2,1 mm	5 x 3,0 mm	5 x 4,6 mm
			cat. #	cat. #	cat. #
Cartuccia per precolonna Raptor EXP bifenilica	UHPLC	3 pz.	9309U0252	9309U0253	
Cartuccia per precolonna Raptor EXP bifenilica	2,7 µm	3 pz.	9309A0252	9309A0253	9309A0250
Cartuccia per precolonna Raptor EXP bifenilica	5 µm	3 pz.	930950252	930950253	930950250

Pressione massima cartuccia: 1.034 bar/15.000 psi* (UHPLC), 600 bar/8.700 psi (2,7 µm); 400 bar/5.800 psi (5 µm)

* Per ottimizzare la durata della colonna si raccomanda di utilizzare una pressione massima di 830 bar/12.000 psi con le particelle UHPLC.

Holder a connessione diretta EXP

Descrizione	Qtà	cat. #
Holder a connessione diretta EXP per precolonne EXP (incluso dado esagonale e 2 ferrule)	cad.	25808

Pressione massima holder: 20.000 psi (1.400 bar)

Ferrula ibrida, brevetto degli Stati Uniti n° 8201854 - Holder EXP, brevetto degli Stati Uniti n° 8696902 - Chiave EXP2, brevetto degli Stati Uniti n° D766055. Altri prodotti sono in attesa di brevetto dagli Stati Uniti e altri Paesi. EXP, Free Turn e il prefisso Opti sono marchi depositati di Optimize Technologies Inc.



Per domande sui prodotti Restek contattaci al numero 02/7610037 oppure via email all'indirizzo restek.italia@restek.com

I brevetti e i marchi di fabbrica Restek sono di proprietà di Restek Corporation. (Per l'elenco completo, consulta www.restek.com/Patents-Trademarks.) Gli altri marchi di fabbrica nella letteratura Restek o sul relativo sito web sono di proprietà dei rispettivi titolari. I marchi registrati di Restek sono registrati negli Stati Uniti e possono essere registrati anche in altri Paesi. Per annullare l'iscrizione a future comunicazioni Restek o aggiornare le tue preferenze, vai alla pagina www.restek.com/it/subscribe. Per aggiornare il tuo stato con un distributore autorizzato Restek o un partner di canale dei nostri strumenti, ti preghiamo di contattarli direttamente.

© 2022 Restek Corporation. Tutti i diritti riservati.