



Applicazione in evidenza: Micotossine nella polvere di arachidi su Raptor Bifenile

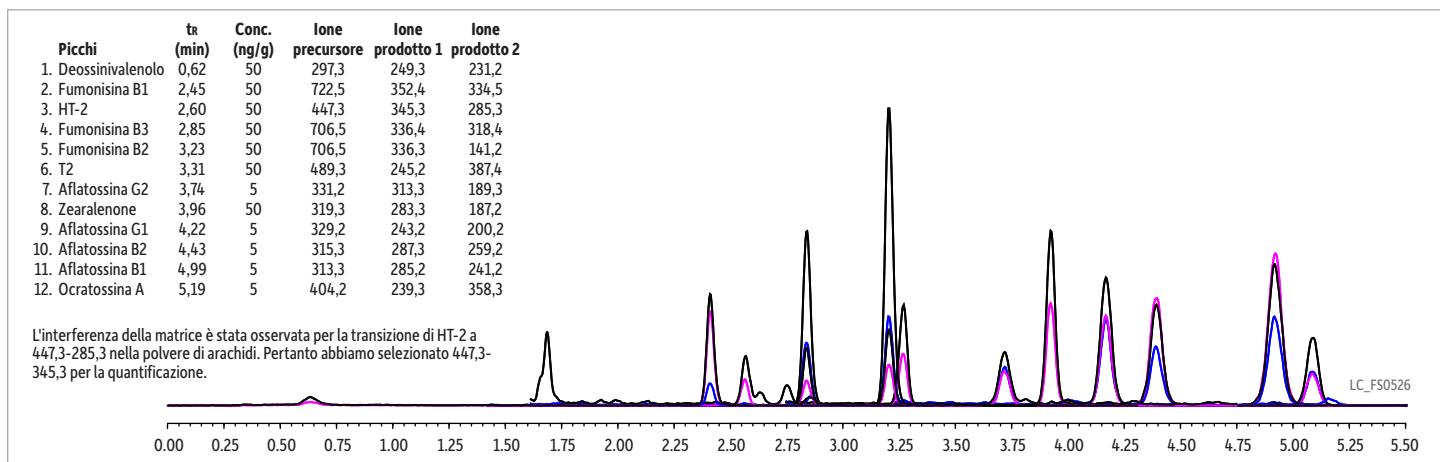
Analisi LC-MS/MS delle micotossine nella polvere di arachidi in 5,5 minuti

- Analisi veloce per una maggiore produttività del campione.
- Una separazione eccellente migliora l'accuratezza per 12 micotossine regolamentate.
- Preparazione del campione facile e veloce (diluire-filtrare-iniettare).

Alcuni funghi che crescono sui prodotti agricoli producono metaboliti tossici noti come micotossine. I moderni processi di lavorazione degli alimenti non sono in grado di rimuovere completamente questi composti, se presenti; pertanto, sono stati stabiliti rigidi protocolli di monitoraggio. Sebbene un metodo universale per l'analisi delle micotossine permetterebbe uno screening altamente efficiente, è molto difficile svilupparne uno a causa di differenze nelle proprietà fisico-chimiche delle micotossine, nell'efficienza di estrazione e negli effetti matrice. Zhang et al. hanno pubblicato uno studio realizzato in diversi laboratori [1] volto a fornire ai laboratori una procedura analitica che potrebbe essere ampiamente applicata all'analisi di un'ampia varietà di micotossine in diverse matrici. Ispirandoci a questo lavoro, abbiamo sviluppato il seguente metodo LC-MS/MS che risolve 12 micotossine regolamentate dalla FDA entro i limiti di pressione degli strumenti HPLC tradizionali.

In questo esempio, le micotossine sono state analizzate in una matrice di polvere di arachidi. L'uso di una colonna relativamente corta, la selettività della fase stazionaria Bifenile e l'efficienza di particelle Raptor con superficie porosa da 2,7 µm hanno consentito un'eccellente e rapida separazione in 5,5 minuti (tempo ciclo totale 7 minuti). È stato osservato un composto coeluente della matrice che condivideva la più abbondante transizione MRM per la micotossina HT-2 (447,3-285,3), quindi è stata selezionata una transizione meno abbondante (447,3-345,3) per la quantificazione. Per aumentare la sensibilità, è stato usato un tampone ammonio per agevolare la ionizzazione delle micotossine. La colonna Raptor Bifenile funzionava molto bene per le 12 micotossine analizzate nello studio citato, ma per gli elenchi di composti più lunghi contenenti micotossine isobariche con strutture simili, la fase Raptor Fluorofenile può essere necessaria per fornire un'adeguata risoluzione cromatografica. La selettività della colonna Raptor Fluorofenile è stata dimostrata in un'analisi di 20 micotossine che può essere visionata sul sito www.restek.com/it, digitando "LC_FS0511".

Questo metodo ha mostrato un'eccellente precisione e accuratezza per le 12 micotossine regolamentate dalla FDA che sono state valutate durante uno studio di convalida che copriva una grande varietà di matrici (comprese farine di mais e di riso integrale di varie origini, oltre alla polvere di arachidi qui mostrata). Restek desidera ringraziare il Dott. Zhang per il suo supporto tecnico nel corso del presente progetto.



Colonna: Raptor Bifenile (cat.# 9309A52); Dimensioni: 50 mm x ID 2,1 mm; Dimensione particelle: 2,7 µm; Dimensione pori: 90 Å; Precolonna: cartuccia precolonna Raptor Bifenile EXP 5 mm, ID 2,1 mm, 2,7 µm (cat.# 9309A0252); Temp.: 40 °C; Vol. iniez.: 5 µL; **Fase mobile:** A: Acqua, formiato di ammonio 2 mM, acido formico 0,1%; B: Metanolo, formiato di ammonio 2 mM, acido formico 0,1%; **Gradiente (%B):** 0,00 min (30%), 0,6 min (30%); 0,7 min (50%); 3,00 min (70%); 4,5 min (75%); 5,0 min (90%); 5,2 min (90%); 5,21 min (75%); 6,00 min (75%); 6,01 min (30%); 7,00 min (30%); **Flusso:** 0,5 mL/min; **Detector:** MS/MS; Modalità ionizzazione: ESI+; Modalità: MRM; **Strumento:** UHPLC; **Note:** Pesato 1,00 grammo di polvere di arachidi in una provetta da centrifuga da 50 mL e aggiunti 2,00 mL di acqua. Agitato a 3000 rpm per 5 minuti, seguito dall'aggiunta di 4,0 mL di solvente di estrazione (50:50 acqua:acetonitrile, v/v). La provetta è stata poi agitata a 3000 rpm per 5 minuti, poi centrifugata per 15 minuti a 4200 rpm. 475 µL di surnanante sono stati filtrati con una vial filtrante Thomson SINGLE Step Nano (0,2 µm, cat.# 25882). Il campione è stato poi fortificato con 25 µL di una soluzione standard preparata in acqua a 1.000 ng/mL (100 ng/mL per aflatossine e ocratossina A) come parte della curva di taratura accoppiata alla matrice. Agitato a 3000 rpm per 1 min prima dell'analisi.

Riferimenti

1. K. Zhang, M.R. Schaab, G. Southwood, E.R. Tor, L.S. Aston, W. Song, B. Eitzer, S. Majumdar, T. Lapainis, H. Mai, K. Tran, A. El-Demerdash, V. Vega, Y. Cai, J.W. Wong, A.J. Kryniotsky, T.H. Begley, A collaborative study: determination of mycotoxins in corn, peanut butter, and wheat flour using stable isotope dilution assay (SIDA) and liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS), Journal of Agricultural and Food Chemistry, 65 (33) (2017) 7138-7152. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/27983809>.

Colonne LC Raptor Bifenile (USP L11)

Lunghezza	2,1 mm cat.#	3,0 mm cat.#	4,6 mm cat.#
Colonne da 1,8 µm			
30 mm			
50 mm	9309232	—	—
100 mm	9309252	930925E	—
150 mm	9309212	930921E	—
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 precolonna Raptor EXP

- L'architettura Free-Turn consente di cambiare le cartucce manualmente senza rompere le connessioni per liquidi in ingresso/uscita - non sono necessari attrezzi.
- Ferrule ibride in titanio brevettate possono essere installate ripetutamente senza compromettere la tenuta ad alta pressione.
- Il design con regolazione automatica fornisce connessioni ZDV (senza volumi morti) a qualunque porta femmina da 10-32.

Descrizione	Dimensione particelle	qtà.	5 x 2,1 mm cat.#	5 x 3,0 mm cat.#	5 x 4,6 mm cat.#
Cartuccia precolonna Raptor Bifenile EXP	UHPLC	3/conf.	9309U0252	9309U0253	
Cartuccia precolonna Raptor Bifenile EXP	2,7 µm	3/conf.	9309A0252	9309A0253	9309A0250
Cartuccia precolonna Raptor Bifenile EXP	5 µm	3/conf.	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 la massima durata, la pressione massima consigliata per le particelle UHPLC è 830 bar/12.000 psi.

Ferrule ibride brevetto U.S. n. 8201854, supporti EXP brevetto U.S. n. 8696902, chiavi EXP2 brevetto U.S. n. D766055. Altri brevetti USA o stranieri in attesa di approvazione. I prefissi EXP, Free-Turn e Opti- sono marchi registrati Optimize Technologies, Inc.



Holder a connessione diretta EXP

Descrizione	qtà.	cat.#
Holder a connessione diretta EXP per cartucce precolonna EXP (include raccordi a testa esagonale e 2 ferrule)	uno	25808

Pressione massima holder: 20.000 psi (1.400 bar)

Ferrule ibride brevetto U.S. n. 8201854, supporti EXP brevetto U.S. n. 8696902, chiavi EXP2 brevetto U.S. n. D766055.

Altri brevetti USA o stranieri in attesa di approvazione. I prefissi EXP, Free-Turn e Opti- sono marchi registrati Optimize Technologies, Inc.

