

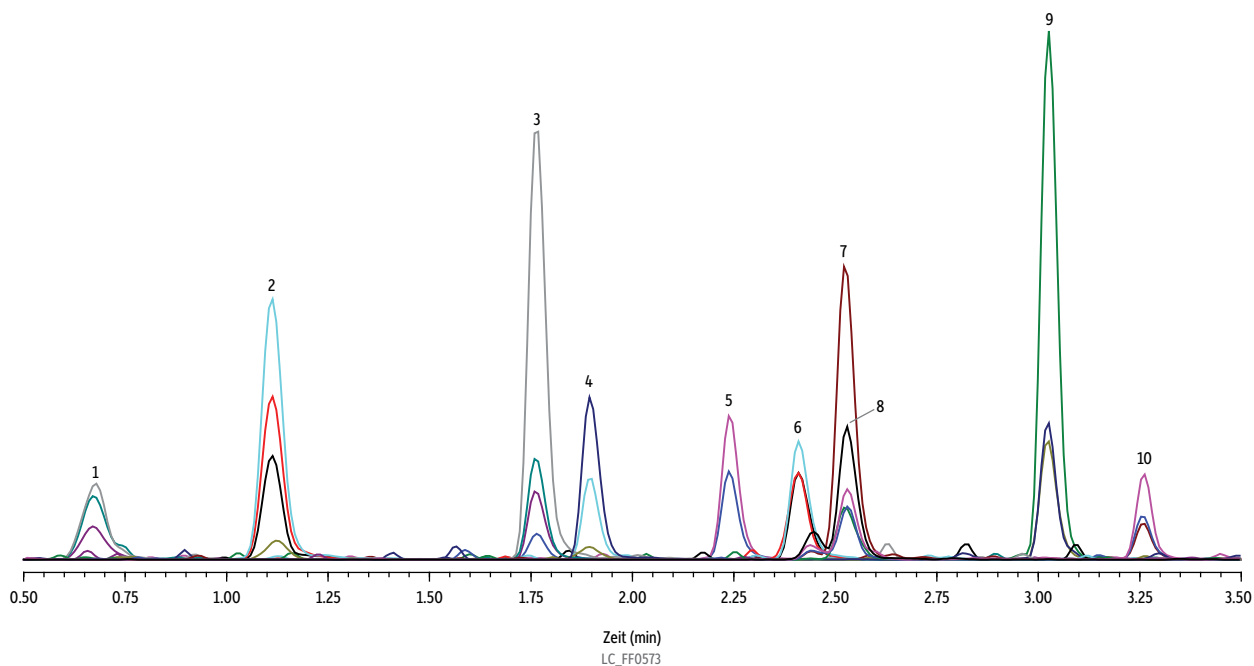


Vorgestellte Applikation: Pyrrolizidinalkaloide auf Raptor ARC-18

Schnelle, einfache 4.5-Minuten-Analyse von Pyrrolizidinalkaloiden mittels LC-MS/MS

- Schnelle 4.5-Minuten-Analyse von Pyrrolizidinalkaloiden ermöglicht Basislinientrennung der meisten Verbindungen.
- Analyten werden mit einer einfachen mobilen Phase und einem Gradienten schnell und mit sehr guter Peakform eluiert.
- Unter sauren Bedingungen liefert die robuste Raptor ARC-18 Säule deutlich länger zuverlässige Ergebnisse als herkömmliche C18-Säulen.

In der Natur kommen Pyrrolizidinalkaloide (PA) als sekundäre Stoffwechselprodukte in einer Vielzahl von Pflanzenarten vor (z. B. in Gänseblümchen, Vergissmeinnicht, Hülsenfrüchten u. a.). Die toxischen Metabolite dienen der Pflanze zur Abwehr gegen Herbivoren und sind nach Angaben der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) vermutlich die am weitesten verbreiteten natürlichen Toxine. Pyrrolizidinalkaloide wurden in über 6000 Pflanzenarten nachgewiesen, aber nur wenige Arten waren direkt an Vergiftungen von Menschen oder Tieren beteiligt. Unter den etwa 700 bekannten Pyrrolizidinalkaloiden gelten die 1,2-ungesättigten Verbindungen als besonders toxisch, da sie tödliche Leberfunktionsstörungen verursachen können. Kräuter, Tees, Honig und Getreide können mit Pyrrolizidinalkaloiden kontaminiert sein, wenn versehentlich Pflanzen mitgeerntet wurden, die diese Stoffe enthalten, oder diese als Nahrungsquelle für Honigbienen dienen.



Peaks	tx (min)	Precursor	Produkt 1	Produkt 2	Produkt 3
1. Monocrotalin	0.677	326.20	120.3	121.30	94.25
2. Incidin	1.111	300.20	94.15	138.20	156.36
3. Heliotrin	1.763	314.30	138.20	156.20	120.20
4. Heliotrin-N-oxid	1.895	330.25	172.25	138.20	
5. Senecionin	2.240	336.20	120.30	138.30	
6. Senecionin-N-oxid	2.410	352.35	94.20	120.30	118.25
7. Echimidin	2.524	398.30	120.25	220.15	
8. Echimidin-N-oxid	2.528	414.25	396.30	352.20	254.25
9. Lasiocarpin	3.028	412.20	120.20	220.15	336.25
10. Lasiocarpin-N-oxid	3.260	428.25	254.25	352.25	120.30

Säule: Raptor ARC-18 (Art.-Nr. 9314A52); Dimension: 50 mm x 2.1 mm ID; Partikelgröße: 2.7 µm; Porenweite: 90 Å; Temp.: 25 °C; **Probe:** Lösemittel: 0.1% Ameisensäure in Wasser; Konz.: 10 ng/mL; Inj.-Vol.: 1 µL; **Mobile Phase:** A: 0.1% Ameisensäure in Wasser, B: 0.1% Ameisensäure in Acetonitril; **Gradient (%B):** 0.00 min (5% B), 3.5 min (35% B), 3.51 min (5% B), 4.5 min (5% B); **Flussrate:** 0.5 mL/min; **Detektor:** MS/MS; Ionisierungsmodus: ESI+; **Gerät:** UHPLC.

Aufgrund der Anwendung des ALARA-Prinzips („As Low As Reasonably Achievable“ – so niedrig wie vernünftig erreichbar) für Pyrrolizidinalkaloide durch die Codex-Alimentarius-Kommission der Weltgesundheitsorganisation (WHO) sowie vieler regionaler Bemühungen zur Überwachung dieser toxischen Stoffe in Nahrungs-, Futter- und Arzneimitteln, besteht ein zunehmender Bedarf für schnelle, präzise Methoden zur Analyse von Pyrrolizidinalkaloiden. Zur Zeit gibt es nur eine einzige harmonisierte Methode, die vom Deutschen Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) entwickelt und validiert wurde [1]. Sie verwendet einen Aufschluss mit Schwefelsäure, eine Aufreinigung durch Festphasenextraktion (SPE) an C18 und die Analyse mittels LC-MS/MS. Die im BfR-Protokoll angegebene Beispielmethode verwendet eine 150 x 2.1 mm, 1.9 µm vollporöse C18-Säule und erzielt eine Analysezeit von 15 Minuten, wobei die letzte Verbindung, Lasiocarpin-N-oxid (LaN), bei 9.33 Minuten eluiert. In der nachfolgend beschriebenen Fallstudie ergab der Wechsel zu einer 50 x 2.1 mm, 2.7 µm Raptor ARC-18 Core-Shell Säule ausreichende Retention und LaN eluierte in nur 3.2 Minuten (bei 4.5 Minuten Gesamtanalysezeit). Obwohl in diesem Beispiel ein UHPLC-Gerät verwendet wurde, ist dies für eine solche Analyse nicht notwendig. Alle Substanzen eluieren mit sehr guter Peakform. Mit Ausnahme des Echimidins und des zugehörigen N-Oxids wiesen alle Verbindungen Basislinientrennung auf. Die spezielle Phasenchemie der Raptor ARC-18 Säule führt unter sauren Bedingungen außerdem zu längeren Standzeiten verglichen mit herkömmlichen C18-Säulen.

Der ständig zunehmende Bedarf für Analysen von Pyrrolizidinalkaloiden erfordert auch die Entwicklung neuer Methoden. Für die heutigen Herausforderungen können Laboratorien jedoch die Raptor ARC-18 Säule nutzen, um ihre Methoden zu optimieren, die Gesamtanalysezeit zu verkürzen und den Probendurchsatz zu erhöhen.

Literatur

[1] Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR), BfR-PA-Tee-2.0/2014, Bestimmung von Pyrrolizidinalkaloiden (PA) in Pflanzenmaterial mittels SPE-LC-MS/MS, 2014. <https://www.bfr.bund.de/cm/343/bestimmung-von-pyrrolizidinalkaloiden.pdf>



Säuleneigenschaften

Phasenklassifikation: C18, Octadecylsilan (L1)
 Ligandentyp: Sterisch geschützte C18
 Partikel: 1.8 µm, 2.7 µm oder 5 µm Core-Shell (SPP)
 Porenweite: 90 Å
 Kohlenstoffgehalt: 7% (1.8 µm), 7% (2.7 µm), 5% (5 µm)
 Endcapping: Nein
 Oberfläche: 125 m²/g (1.8 µm), 130 m²/g (2.7 µm), oder 100 m²/g (5 µm)
 Arbeitsbereich:
 pH-Bereich: 1.0 bis 8.0
 Maximaltemperatur: 80 °C
 Maximaldruck: 1034 bar/15000 psi* (1.8 µm), 600 bar/8700 psi (2.7 µm); 400 bar/5800 psi (5 µm)



* Für maximale Lebensdauer wird ein Maximaldruck von 830 bar/12000 psi für 1.8 µm Partikel empfohlen.

Eigenschaften:

- Ausgewogenes Retentionsprofil, verteilt die Analyten gleichmäßig über den Gradienten
- Sterisch geschützt und säurebeständig, keine kürzer werdenden Retentionszeiten durch Phasenabbau wie bei herkömmlichen C18 Phasen
- Ideal zur Verwendung mit empfindlichen Detektoren wie Massenspektrometern

Wechseln Sie zu einer ARC-18 Säule wenn:

- Sie Multikomponentengemische mittels LC-MS/MS analysieren müssen.
- Stark saure mobile Phasen (pH 1–3) erforderlich sind.

Raptor ARC-18 LC Säulen (USP L1)

Chromatografische Eigenschaften

Die speziell zur Verwendung mit LC-MS/MS-Systemen entwickelte Raptor ARC-18 Säule bietet ein ausgewogenes Retentionsprofil ohne die Nachteile mangelnder Stabilität, die herkömmliche C18-Phasen in stark sauren mobilen Phasen aufweisen. Selbst nach längerem Gebrauch unter solchen Bedingungen (pH-Wert ≤ 2.0) bietet die sterisch geschützte ARC-18 Phase konstante Retention, Peakform und Response für geladene Basen, neutrale Säuren, kleine polare Verbindungen und andere Moleküle. Zur schnellen Durchführung von Multikomponentenmethoden mittels LC-MS/MS- ist die säurebeständige Raptor ARC-18 Säule in der Tat *ihrer Zeit voraus*.

Länge	2.1 mm Art.-Nr.	3.0 mm Art.-Nr.	4.6 mm Art.-Nr.
1.8 µm Säulen			
30 mm	9314232	—	—
50 mm	9314252	931425E	—
100 mm	9314212	931421E	—
150 mm	9314262	—	—
2.7 µm Säulen			
30 mm	9314A32	9314A3E	9314A35
50 mm	9314A52	9314A5E	9314A55
100 mm	9314A12	9314A1E	9314A15
150 mm	9314A62	9314A6E	9314A65
5 µm Säulen			
30 mm	—	931453E	—
50 mm	9314552	931455E	9314555
100 mm	9314512	931451E	9314515
150 mm	9314562	931456E	9314565
250 mm	—	—	9314575

Haben Sie Fragen?

Bitte kontaktieren Sie uns telefonisch unter 06172 2797-0 oder per E-Mail an info.de@restek.com!

Restek Patente und Marken sind Eigentum der Restek Corporation. (Eine vollständige Liste finden Sie unter www.restek.com/Patents-Trademarks.) Andere Marken in der Literatur oder auf der Website von Restek sind Eigentum ihrer jeweiligen Inhaber. Eingetragene Marken von Restek sind in den USA und möglicherweise auch in anderen Ländern registriert.
 © 2019 Restek Corporation. Alle Rechte vorbehalten.