

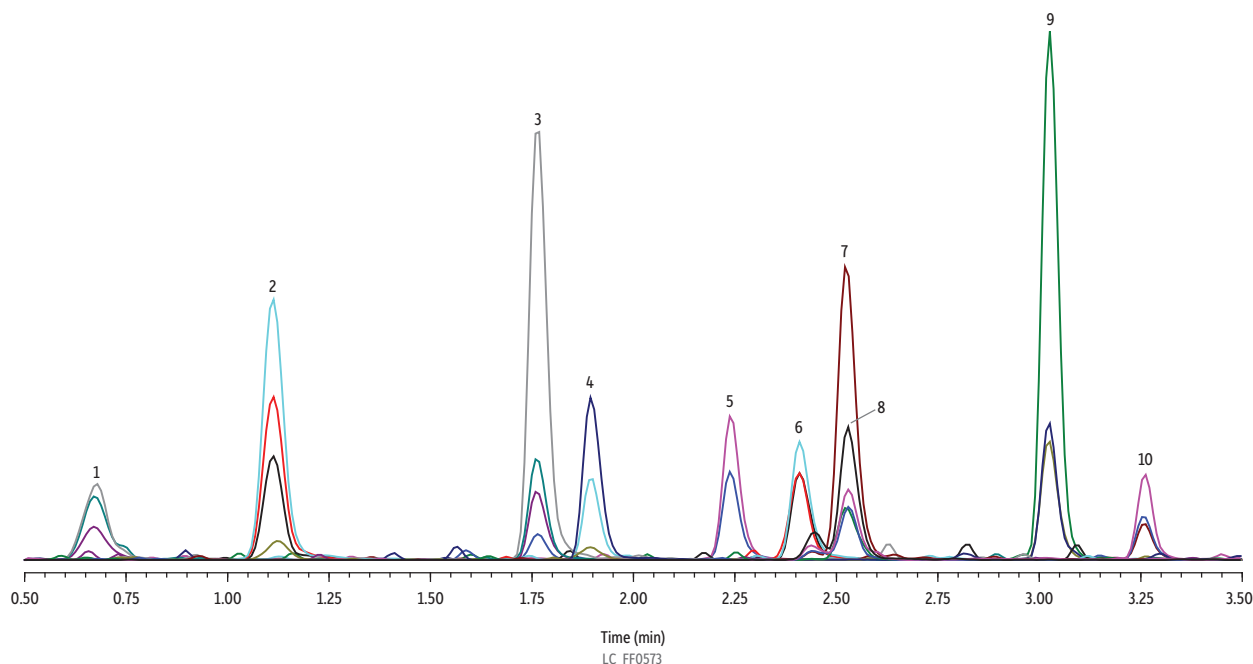


Application phare : Les alcaloïdes pyrrolizidiniques sur la colonne Raptor ARC-18

Analyse simple et rapide des alcaloïdes pyrrolizidiniques en 4.5 minutes sur colonne LC-MS/MS Raptor ARC-18

- Analyse rapide des alcaloïdes pyrrolizidiniques en 4.5 minutes permettant de séparer la plupart des composés à la ligne de base.
- Phase mobile simple et gradient permettant l'élution rapide des composés avec une excellente forme de pic.
- La colonne Raptor ARC-18 est résistante et sa durée de vie est supérieure à celle des colonnes C18 classiques en milieu acide.

Les alcaloïdes pyrrolizidiniques (AP) sont des toxines naturellement présentes dans une grande variété d'espèces végétales (par exemple, les marguerites, les myosotis et les légumineuses, entre autres). Ce sont des métabolites secondaires qui se forment pour protéger les plantes des herbivores et, d'après l'EFSA (Autorité européenne de sécurité des aliments), elles sont probablement les toxines naturelles les plus largement distribuées. Il existe plus de 6 000 espèces végétales connues contenant des alcaloïdes pyrrolizidiniques, mais seules quelques unes ont été directement impliquées dans l'empoisonnement d'êtres humains ou d'animaux. De plus, parmi environ 700 AP connus, les composés 1,2-insaturés ont été identifiés comme les plus toxiques, capables de provoquer des lésions hépatiques mortelles. Les herbes aromatiques et médicinales, les thés et les céréales peuvent être contaminés par des alcaloïdes pyrrolizidiniques si des plantes contenant des AP sont accidentellement récoltées en même temps, ou utilisées pour nourrir les abeilles.



Peaks	tr (min)	Precursor	Product 1	Product 2	Product 3
1. Monocrotaline	0.677	326.20	120.3	121.30	94.25
2. Incidine	1.111	300.20	94.15	138.20	156.36
3. Heliotrine	1.763	314.30	138.20	156.20	120.20
4. Heliotrine N-oxide	1.895	330.25	172.25	138.20	
5. Senecionine	2.240	336.20	120.30	138.30	
6. Senecionine N-oxide	2.410	352.35	94.20	120.30	118.25
7. Echimidine	2.524	398.30	120.25	220.15	
8. Echimidine N-oxide	2.528	414.25	396.30	352.20	254.25
9. Lasiocarpine	3.028	412.20	120.20	220.15	336.25
10. Lasiocarpine N-oxide	3.260	428.25	254.25	352.25	120.30

Column: Raptor ARC-18 (cat.# 9314A52); Dimensions: 50 mm x 2.1 mm ID; Particle Size: 2.7 µm; Pore Size: 90 Å; Temp.: 25 °C; Sample: Diluent: 0.1% Formic acid in water; Conc.: 10 ng/mL; Inj. Vol.: 1 µL; Mobile Phase: A: 0.1% Formic acid in water, B: 0.1% Formic acid in acetonitrile; Gradient (%B): 0.00 min (5% B), 3.5 min (35% B), 3.51 min (5% B), 4.5 (5% B); Flow: 0.5 mL/min; Detector: MS/MS; Ion Mode: ESI+; Instrument: UHPLC.

La Commission du Codex Alimentarius de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) a adopté le principe ALARA (principe du niveau de risque le plus bas que l'on peut raisonnablement atteindre) pour les AP, et de nombreux efforts locaux visent à surveiller ces composés toxiques dans l'alimentation, le fourrage et les médicaments. La demande de méthodes d'analyse rapides et précises pour les alcaloïdes pyrrolizidiniques est donc en pleine augmentation. Actuellement, la seule méthode harmonisée a été mise au point et validée par l'institut fédéral allemand d'évaluation des risques (BfR) [1]. Elle fait intervenir une digestion à l'acide sulfurique, une SPE sur colonne C18 et une analyse par LC-MS/MS. L'exemple de méthode fourni par le protocole du BfR utilise une colonne C18 à particules de 1,9 µm entièrement poreuses mesurant 150 x 2,1 mm, et il produit une analyse de 15 minutes où le dernier composant, le lasiocarpine-N-oxyde (LaN) est élué à 9.33 minutes. En revanche, dans le cas étudié ici, le passage à une colonne Raptor ARC-18 de 50 x 2,1 mm avec particules silice de 2,7 µm superficiellement poreuses fournit une rétention suffisante et une élution du LaN en 3.2 minutes seulement (soit 4.5 minutes d'analyse au total). Il convient de noter qu'un instrument UHPLC a été utilisé dans cet exemple, mais qu'il n'est pas nécessaire pour cette analyse. D'excellentes formes de pics ont été obtenues et tous les composés, sauf l'échimidine et le N-oxyde correspondant, ont été élués à la ligne de base. La composition chimique unique de la phase de la colonne Raptor ARC-18 fournit également une durée de vie plus longue en milieu acide, par rapport aux colonnes C18 classiques.

À mesure que la portée des analyses des alcaloïdes pyrrolizidiniques continue de s'élargir, les méthodes vont devoir évoluer également. Mais pour les difficultés d'aujourd'hui, l'utilisation d'une colonne Raptor ARC-18 permet aux laboratoires d'optimiser les conditions de leurs méthodes, de raccourcir la durée des analyses et d'améliorer la cadence de traitement.

Références

[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>



Caractéristiques de la colonne :

Type de phase stationnaire : C18, octadécyle silane (L1)
 Type de ligand : C18 avec protection stérique
 Particules : Silice de 1.8 µm, 2.7 µm ou 5 µm superficiellement poreuse (« SPP » ou « core-shell »)
 Taille des pores : 90 Å
 Taux de carbone : 7% (1.8 µm), 7% (2.7 µm), 5% (5 µm)
 Non « Endcappée »
 Surface spécifique : 125 m²/g (1.8 µm), 130 m²/g (2.7 µm), ou 100 m²/g (5 µm)
 Conditions d'utilisation :
 Gamme de pH : 1.0–8.0
 Température max. : 80 °C
 Pression max. : 1,034 bars/15,000 psi* (1.8 µm), 600 bars/8,700 psi (2.7 µm) ; 400 bars/5,800 psi (5 µm)



* Pour une durée de vie maximale, la pression maximale recommandée pour les particules de 1.8 µm est 830 bar/12,000 psi.

Propriétés :

- Profil de rétention bien équilibré.
- Stériquement protégée pour résister aux phases mobiles de faible pH
- Idéales pour les détecteurs sensibles comme les systèmes MS.

La phase ARC-18 s'impose...

- Pour les analyses d'une large gamme de composés par LC-MS/MS
- Lorsque des phases mobiles fortement acides (pH 1-3) sont nécessaires

Colonnes LC Raptor ARC-18 (USP L1)

Propriétés chromatographiques

Spécifiquement conçue pour et destinée à une utilisation en LC-MS/MS, la colonne Raptor ARC-18 offre un profil de rétention bien équilibré sans présenter les inconvénients liés à l'utilisation d'une phase de type C18 conventionnelle avec les phases mobiles agressives acides nécessaires en MS. Même après un usage intensif à faible pH (≤ 2) et grâce à la protection stérique dont elle bénéficie, la phase ARC-18 garantit toujours la même rétention, des pics symétriques et fins ainsi qu'une excellente réponse avec les composés basiques chargés, les acides neutres, les composés polaires de petite taille et autres analytes. Pour l'analyse rapide d'une large gamme de composés par LC-MS/MS, la phase Raptor ARC-18, résistante aux acides, est vraiment avantageuse.

Longueur	2,1 mm Réf.	3,0 mm Réf.	4,6 mm Réf.
Colonnes de 1.8 µm			
30 mm	9314232	—	—
50 mm	9314252	931425E	—
100 mm	9314212	931421E	—
150 mm	9314262	—	—
Colonnes de 2.7 µm			
30 mm	9314A32	9314A3E	9314A35
50 mm	9314A52	9314A5E	9314A55
100 mm	9314A12	9314A1E	9314A15
150 mm	9314A62	9314A6E	9314A65
Colonnes de 5 µm			
30 mm	—	931453E	—
50 mm	9314552	931455E	9314555
100 mm	9314512	931451E	9314515
150 mm	9314562	931456E	9314565
250 mm	—	—	9314575