



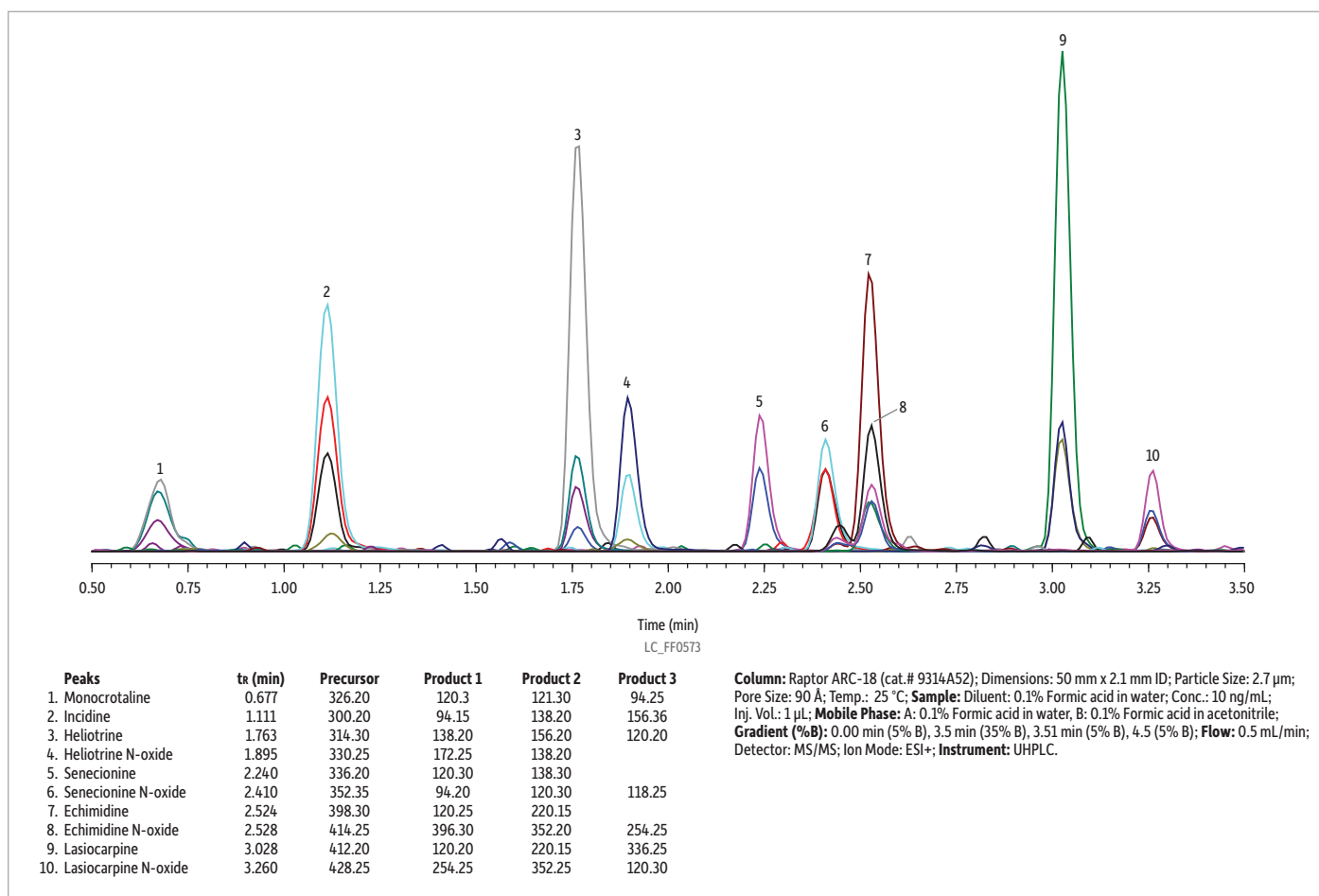
Featured Application: Raptor ARC-18によるピロリジジナルカロイドの分析

## LC-MS / MSによる

## 迅速で簡単な4.5分のピロリジジナルカロイド分析

- ほとんどのピロリジジナルカロイド類が4.5分間の高速分析でベースライン分離できます。
- シンプルな移動相と良好なピーク形状で化合物を迅速に溶出するグラジエント。
- 堅牢なRaptor ARC-18カラムは、酸性条件下で従来のC18カラムよりも長持ちします。

ピロリジジナルカロイド(PA)は、さまざまな種類の植物(たとえば、ヒナギク、ワスレナグサ、マメ科植物など)で自然に見られる毒素です。それらは植物が草食動物から身を守るために産生する二次代謝産物であり、欧州食品安全機関(EFSA)によると、おそらく最も広く分布している自然毒です。6000種以上の植物にピロリジジナルカロイドが含まれていることが知られていますが、人や動物の中毒に直接関与している種はわずかです。また、約700の既知のPAのうち、1,2-不飽和化合物は最も毒性が高く、致命的な肝障害を引き起こす可能性があります。収穫物に偶然PAを含む植物が混ざり込んだり、ミツバチの食物源として使用されたりすると、ハーブ、茶、蜂蜜、および穀物へピロリジジナルカロイドが混入する可能性があります。



世界保健機関(WHO)コーデックス委員会は、PAに「合理的に達成可能な限り低く」というALARA原則を適用しているため、食品、飼料、医薬品中の有毒化合物を監視する各地域における取り組みに伴い、高速で正確なピロリジジナルカロイド分析法の必要性が増しています。硫酸処理、SPE C18クリーンアップ、LC-MS/MSによる分析を取り入れた、現在、唯一となるハーモナイズ法が開発され、ドイツ連邦リスク評価研究所(BfR)によって検証されています[1]。BfRプロトコルで提供されるメソッド例では、150 x 2.1 mm, 1.9µmの全多孔質粒子C18カラムを使用し、9.33分でlasiocarpine-N-oxide (LaN)が最後に溶出するため、分析時間を15分に設定しています。しかし、ここで示すケーススタディでは、表面多孔質の 50 x 2.1 mm, 2.7 µm Raptor ARC-18 カラムに切り替えると、わずか3.2分(合計4.5分の分析時間)でLaNを溶出しながら十分な保持が得られます。なお、この例ではUHPLCを使用しましたが、この分析に必須というわけではありません。優れたピーク形状が得られ、echimidineとそのN-オキシド体を除くすべての化合物がベースライン分離されました。Raptor ARC-18カラムの特徴的な固定相構造により、従来のC18カラムと比較して、酸性条件下での寿命も長くなります。

ピロリジジナルカロイド分析の範囲が拡大し続けるにつれて、メソッドはそれに合わせて改良していく必要がありますが、今日の課題に対しては、Raptor ARC-18カラムを使用することで、メソッド条件を最適化し、全体の実行時間を短縮し、サンプルスループットを向上できます。

## 参考文献

[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>



## カラム特性:

固定相カテゴリ:

**C18, オクタデシルシラン (L1)**

官能基タイプ: 立体保護されたC18

粒子: 1.8µm, 2.7µm, 5µm 表面多孔性シリカ(SPPもしくはコアシェル)

細孔径: 90Å

炭素含有率: 7% (1.8µm), 7% (2.7µm), 5% (5µm)

エンドキャップ: なし

表面積: 125 m<sup>2</sup>/g (1.8µm), 130 m<sup>2</sup>/g (2.7µm), 100 m<sup>2</sup>/g (5µm)

推奨使用条件:

pH 範囲: 1.0-8.0

最高使用温度: 80°C

耐圧: 103 MPa/1,034 bar/15,000 psi\* (1.8µm), 60 MPa/600 bar/8,700 psi (2.7µm), 40 MPa/400 bar/8,800 psi (5µm)

\*カラムの耐久性を最大限に保つための1.8µm粒子の推奨最大圧力は83MPa/830bar/12,000psiです。

## 特長

- ・バランスの良い保持プロファイル
- ・厳しい低pH条件にも耐える立体保護
- ・質量分析計を含む高感度検出器の使用に最適

## ARC-18への変更が推奨されるケース

- ・LC-MS/MSによる多成分一斉分析を行っているとき
- ・強酸性(pH1-3)の移動相を使用するとき

## Raptor ARC-18 LC カラム (USP L1)

### 特長

Raptor ARC-18カラムは特にLC-MS/MSでの使用を想定して設計されていますので、質量分析(MS)が必要とする厳しい酸性移動相で通常のC18カラムを使用する際の(耐酸性に由来する)欠点なしにバランスのとれた保持挙動を示します。ARC-18カラムは固定相が立体的に保護されていますので、≤2.0のような低pHで長時間使用した後でも、荷電した塩基、荷電していない酸、極性の小さい化合物などに対して、一貫した保持時間、ピーク形状、レスポンスが得られます。LC-MS/MSを使用しての高速な多成分一斉分析では、実は耐酸性のRaptor ARC-18が一歩先を歩んでいます。

長さ	2.1 mm cat.#	3.0 mm cat.#	4.6 mm cat.#
<b>1.8 µm カラム</b>			
30 mm	9314232	—	—
50 mm	9314252	931425E	—
100 mm	9314212	931421E	—
150 mm	9314262	—	—
<b>2.7 µm カラム</b>			
30 mm	9314A32	9314A3E	9314A35
50 mm	9314A52	9314A5E	9314A55
100 mm	9314A12	9314A1E	9314A15
150 mm	9314A62	9314A6E	9314A65
<b>5 µm カラム</b>			
30 mm	—	931453E	—
50 mm	9314552	931455E	9314555
100 mm	9314512	931451E	9314515
150 mm	9314562	931456E	9314565
250 mm	—	—	9314575