

Plateforme de Bioanalyse

Rapport d'étude

Nom du requérant : Louis De Beaumont
À l'attention de : Daphnée Brazeau
Projet : Profil de pureté
Date du rapport : 2022-10-24
Version : 1
Nombre de pages : 9

Si vous désirez de l'information concernant cette analyse, S.V.P. contacter : bioanalysis-fmss@usherbrooke.ca

*Notes

- 2 composés de poudre de CBD ont été réceptionnés
- Profil de pureté déterminé en chromatographie liquide couplée à un détecteur à barrette de diode (LC-DAD)
- Profil de caractérisation déterminé en chromatographie liquide couplée à un détecteur de masse (LC-Qtof)
- Le rapport contient une annexe incluant les profils du blanc procédural et du matériau de référence (standards analytiques du CBD) analysé par LC-DAD et LC-Qtof

Rapport d'analyse

1 Étude

Critères	Paramètres
Projet	Profil de pureté
Composé	CBD
Matrice	Poudre de CBD
Solvant de dissolution	Méthanol
Concentration	1 mg/mL
Pureté	Pureté déterminée par LC-DAD
Caractérisation	Caractérisation déterminée par LC-Qtof
Résultats	Profil d'impureté en UV et profil de caractérisation en HRMS

2 Résultats

2.1 Résultats obtenus pour l'échantillon 1 « Boite fermée » :

Référence échantillons 1 : « Boite fermée »	
Echantillons	Poudre de CBD
Structure	C ₂₁ H ₃₀ O ₂
Analyse pureté LC-DAD	
Temps de rétention	8.60 min
% pureté obtenue	≥97.81 %
Analyse caractérisation LC-Qtof	
Electrospray	ESI +
Temps de rétention	8.60 min
m/z théorique	315.2318
m/z mesuré	315.2310
Δm (ppm)	2.5 ppm
Variation (ppm)	≤5.0 ppm

2.1.1 Profil d'impureté obtenu pour l'échantillon 1

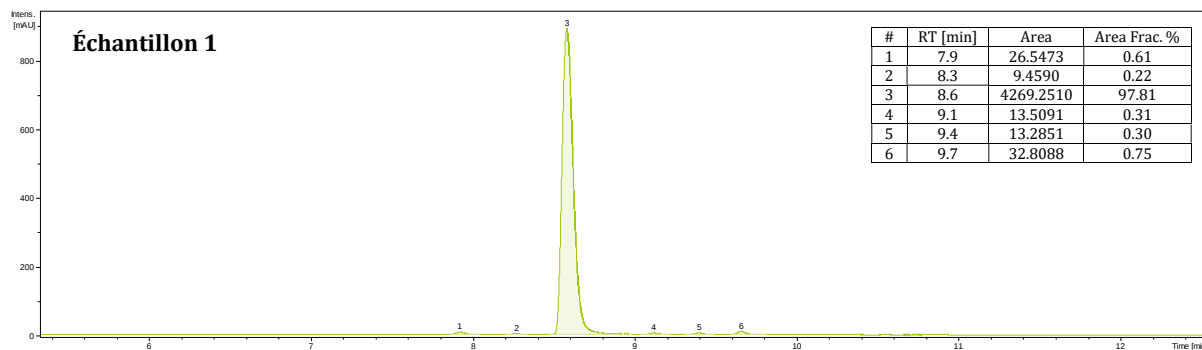


Figure 1: Profil de l'échantillon 1 obtenu en chromatographie liquide a barrette de diode (LC-DAD)

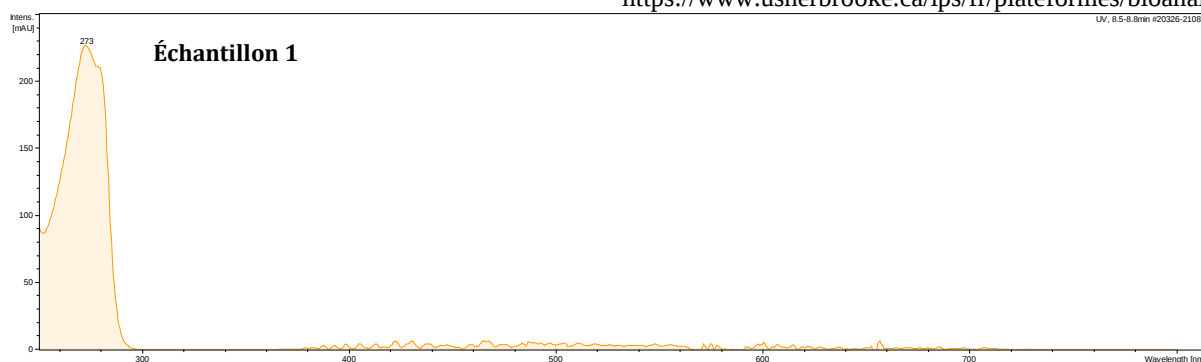


Figure 2: Spectre d'absorbance UV du composé CBD dans l'échantillon 1 majoritaire à 8.60 min

2.1.2 Profil chromatographique obtenu en HRMS pour l'échantillon 1

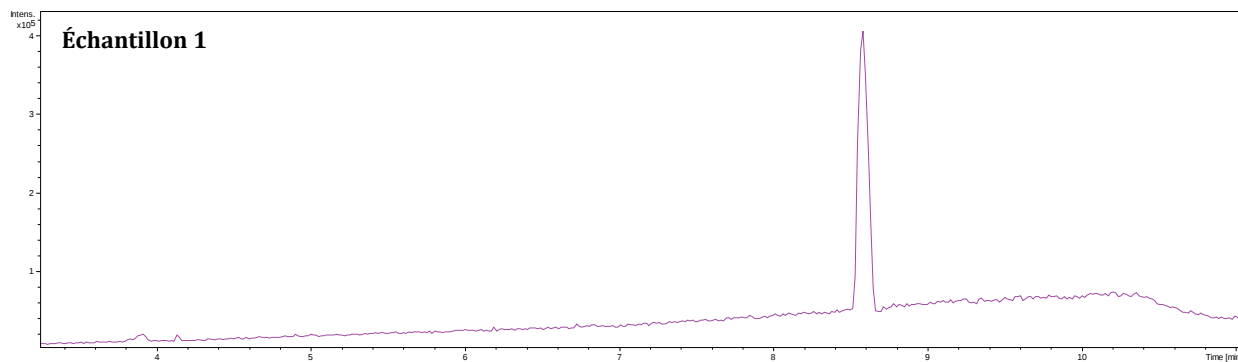


Figure 3: Profil chromatographique obtenu pour l'échantillon 1 en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof)

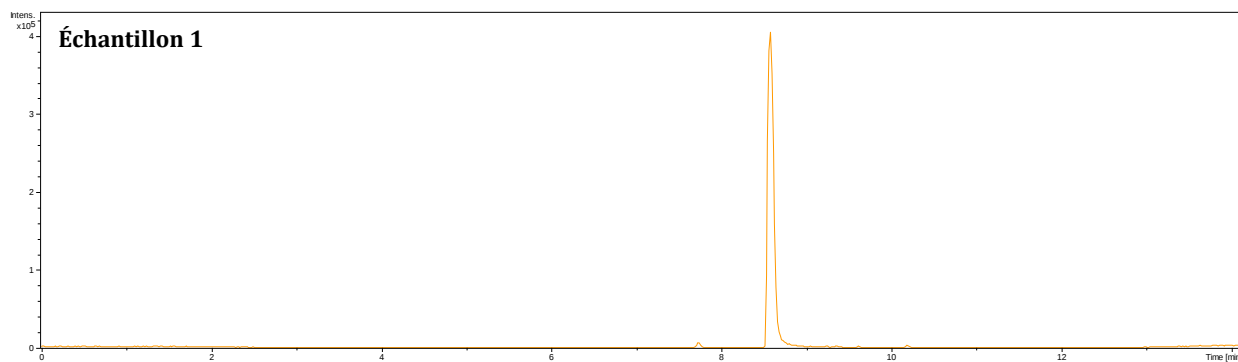


Figure 4: Masse extraite du composé majoritaire (m/z 315.2310) détecté à 8.60 min en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof) présent dans l'échantillon 1

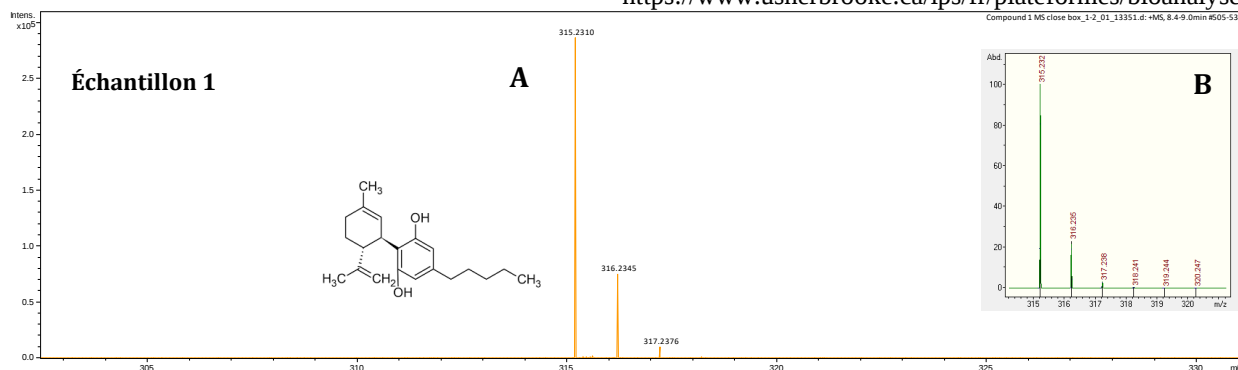


Figure 5: Confirmation du composé majoritaire CBD (m/z 315.2310) détecté à 8.60 min en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof) avec le profil isotopique dans l'échantillon 1 (**A**), profil isotopique théorique du composé CBD (**B**)

Un blanc procédural a été injecté et le profil en LC-DAD est présenté en annexe.

Un matériau de référence (standards analytique CBD) a été injecté afin de confirmer le profil UV en LC-DAD. Les profils sont présentés en annexe.

2.2 Résultats obtenus pour l'échantillon 2 « Boîte ouverte » :

Référence échantillons 2 : « Boîte ouverte »	
Echantillons	Poudre de CBD
Structure	$C_{21}H_{30}O_2$
Analyse pureté LC-DAD	
Temps de rétention	8.60 min
% pureté obtenue	≥ 97.77 %
Analyse caractérisation LC-Qtof	
Electrospray	ESI +
Temps de rétention	8.60 min
m/z théorique	315.2318
m/z mesuré	315.2317
Δm (ppm)	0.3 ppm
Variation (ppm)	≤ 5.0 ppm

2.2.1 Profil d'impureté obtenu pour l'échantillon 2

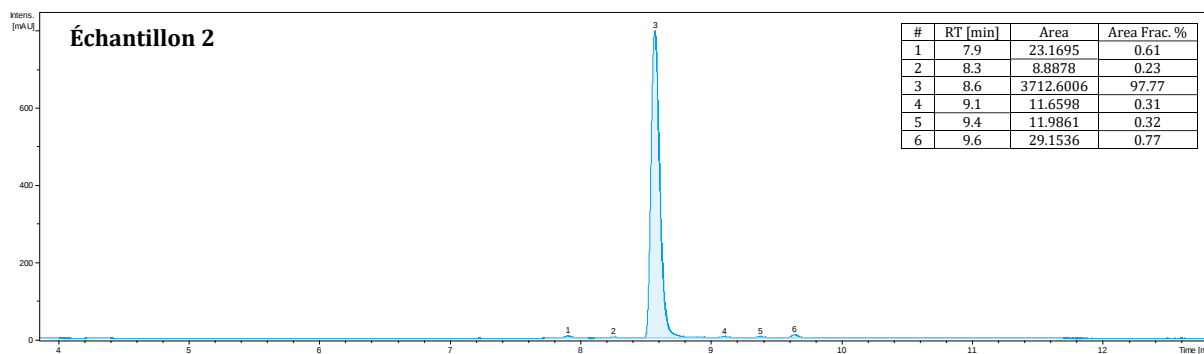


Figure 6: Profil de l'échantillon 2 obtenu en chromatographie liquide à barrette de diode (LC-DAD)

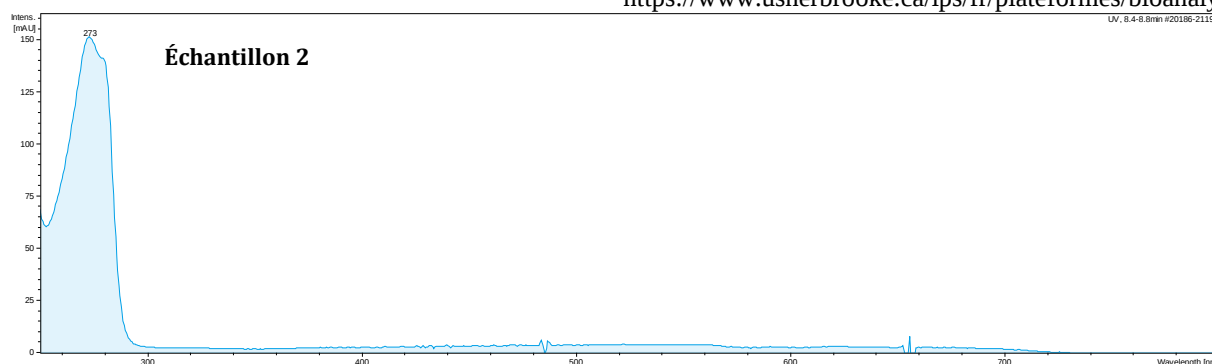


Figure 7: Spectre d'absorbance UV du composé CBD dans l'échantillon 2 majoritaire à 8.60 min

Un blanc procédural a été injecté et le profil en LC-DAD est présenté en annexe.

Un matériau de référence (standards analytique CBD) a été injecté afin de confirmer le profil UV en LC-DAD. Les profils sont présentés en annexe.

2.2.2 Profil chromatographique obtenu en HRMS pour l'échantillon 2

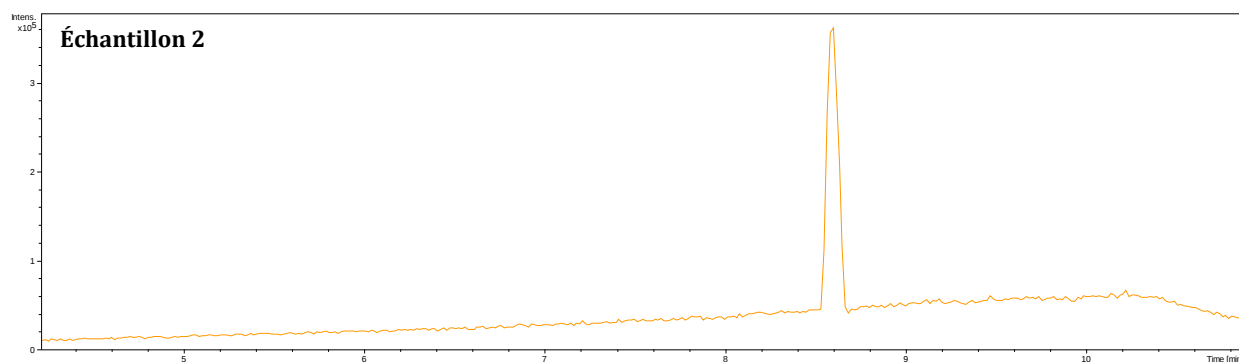


Figure 8: Profil obtenu pour l'échantillon 2 en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof)

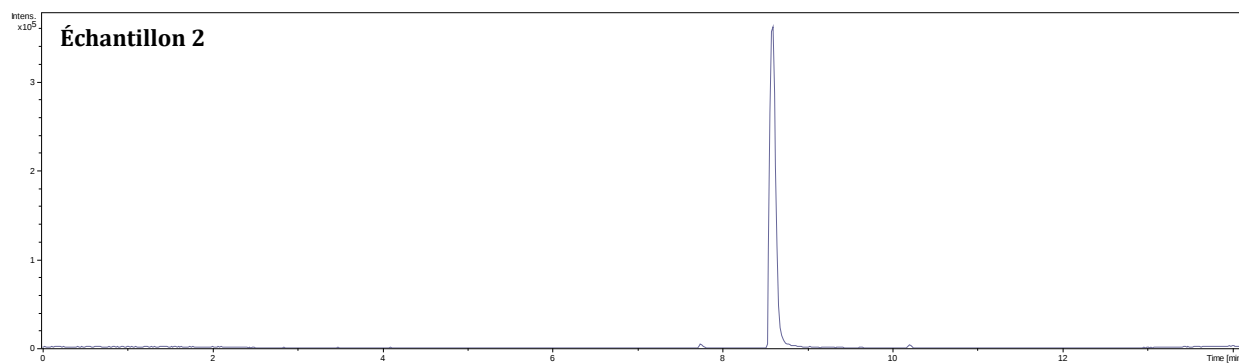


Figure 9: Masse extraite du composé majoritaire (m/z 315.2317) détecté à 8.60 min en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof) présent dans l'échantillon 2

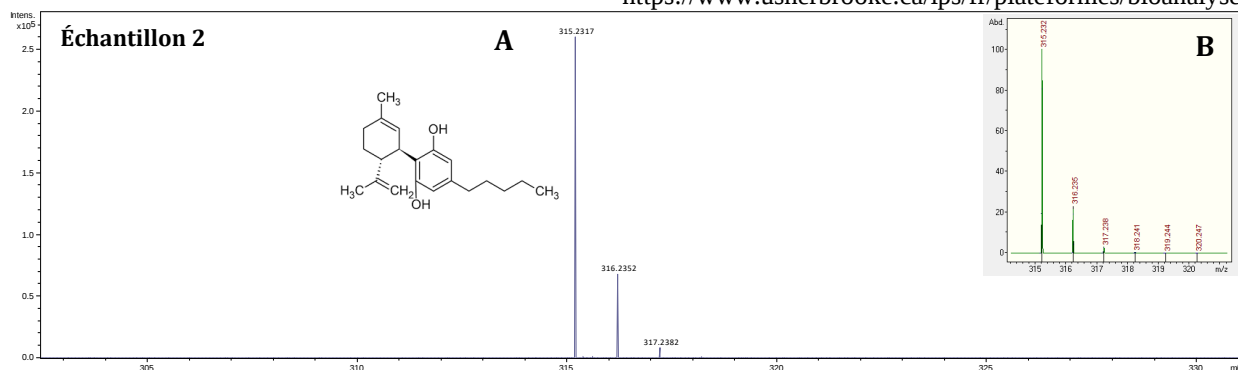


Figure 10: Confirmation du composé majoritaire CBD (m/z 315.2317) détecté à 8.60 min en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof) avec le profil isotopique dans l'échantillon 2 **(A)**, profil isotopique théorique du composé CBD **(B)**

La caractérisation et la confirmation des échantillons de poudre de CBD ont été réalisées par LC-Qtof et les profils isotopiques des composés CBD sont comparés au profil isotopique théorique.

Un blanc procédural a été injecté et le profil en LC-Qtof est présenté en annexe.

Un matériau de référence (standards analytique CBD) a été injecté afin de confirmer la caractérisation et le profil de pureté d'un échantillon de CBD par LC-Qtof. Les profils sont représentés en annexe.

3 Bilan

- Le Pic majoritaire pour les échantillons 1 et 2 détecté à 8.60 min a été identifié et confirmé comme étant du CBD par spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof)
- L'incertitude sur la détermination de la masse exact est conforme aux critères d'acceptabilité (≤ 5 ppm)
- L'échantillons 1 de CBD montre une pureté ≥ 97.81 % en LC-DAD
- L'échantillons 2 de CBD montre une pureté ≥ 97.77 % en LC-DAD
- L'échantillon 1 et 2 montrent la présence de 5 impuretés présent à 7.9, 8.3, 9.1, 9.4 et 9.6 min.
- La présence d'impureté en LC-DAD n'ont pas pu être identifiées en LC-Qtof.
- Les données obtenues avec le matériau de référence en CBD sont conformes aux critères d'acceptabilité du fournisseur.

4 Annexe :

Cette section annexe regroupe les profils en LC-DAD et LC-Qtof du blanc procédural et du matériau de référence en CBD.

4.1 Profil du blanc procédural

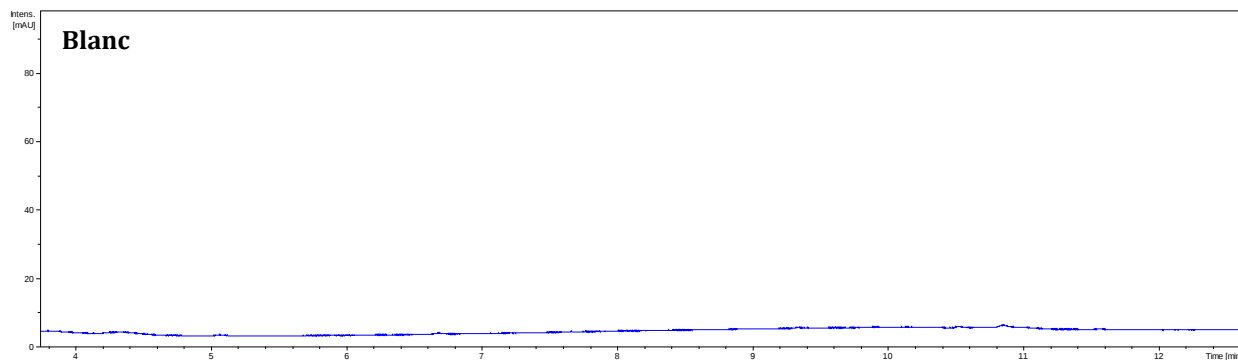


Figure 11: Profil du blanc procédural en chromatographie liquide à barrette de diode (LC-DAD)

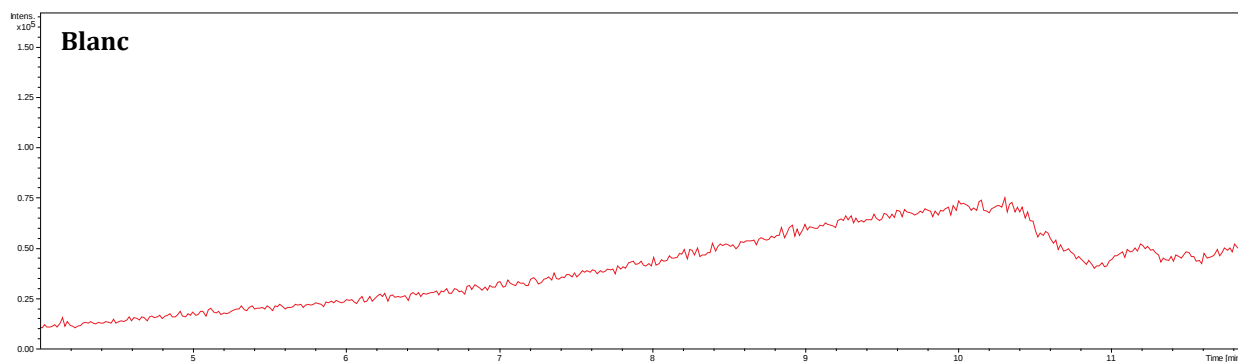


Figure 12: Profil du blanc procédural en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof)

4.2 Profil du matériau de référence (standards analytique CBD)

Référence échantillons	Matériau de référence Standards analytique
Composé	CBD
Structure	$C_{21}H_{30}O_2$
Analyse	LC-DAD
Temps de rétention	8.60 min
% pureté théorique (certificat d'analyse du fournisseur)	99.7
% pureté obtenue	99.4
Δ	0.3%
Critère d'acceptabilité de la variation	$\leq 0.5\%$

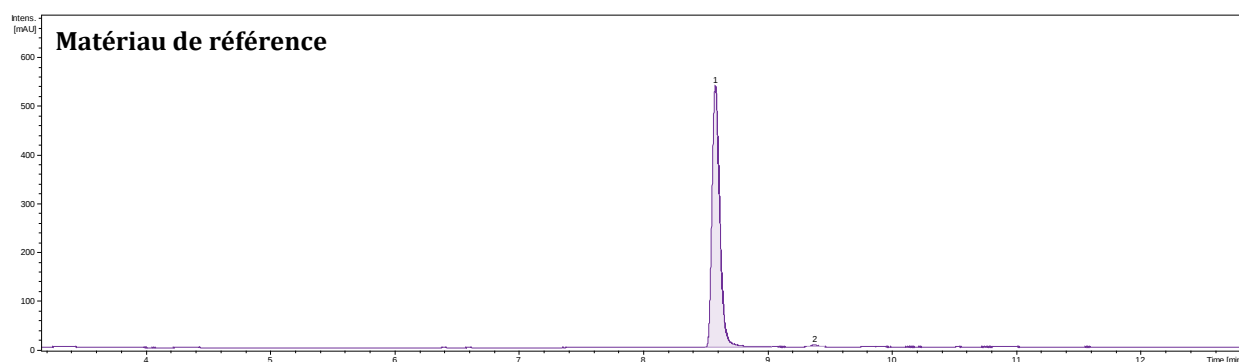


Figure 13: Profil du matériau de référence (standards analytique CBD) obtenu en chromatographie liquide à barrette de diode (LC-DAD)

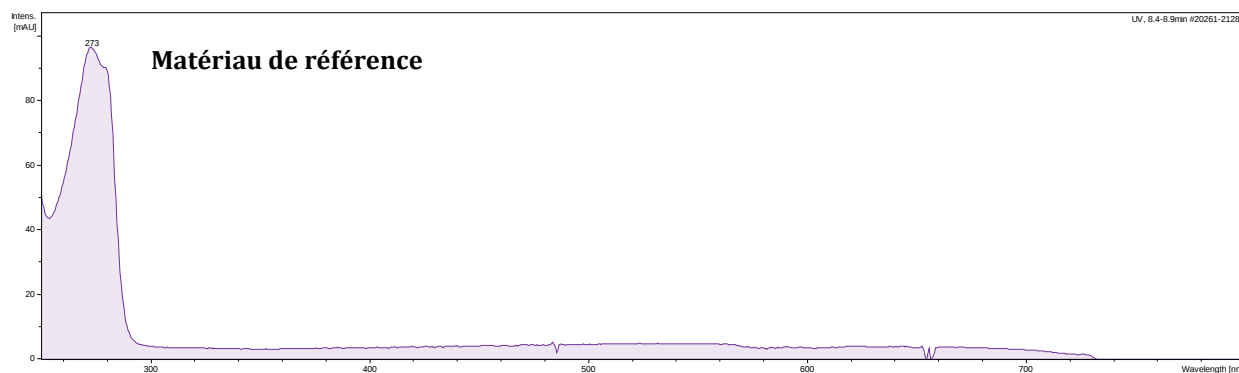


Figure 14: Spectre d'absorbance UV du matériau de référence (standards analytique CBD) à 8.60 min

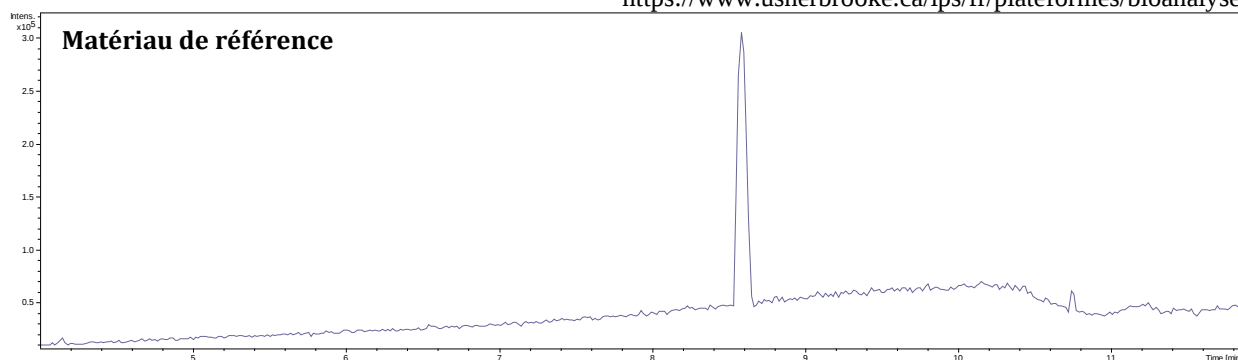


Figure 15: Profil chromatographique du matériau de référence (standards analytique CBD) obtenu en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof)

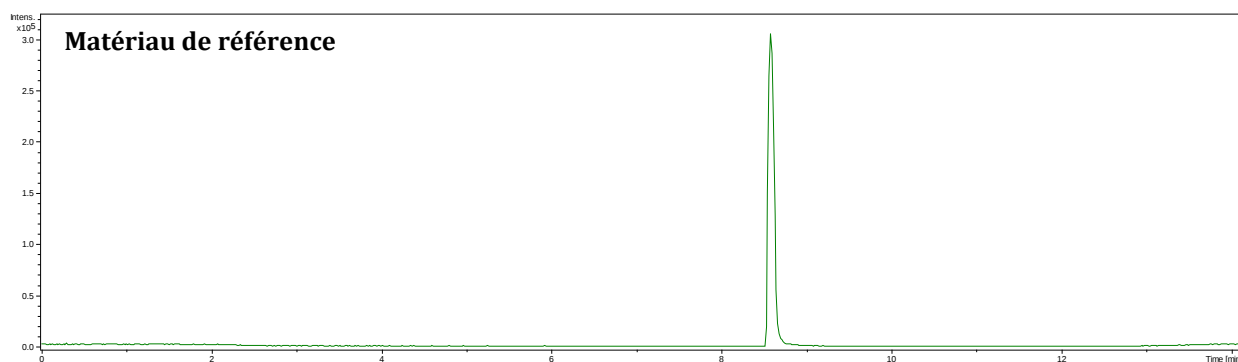


Figure 16: Masse extraite du matériau de référence (standards analytique CBD) (m/z 315.2315) détecté à 8.60 min en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof)

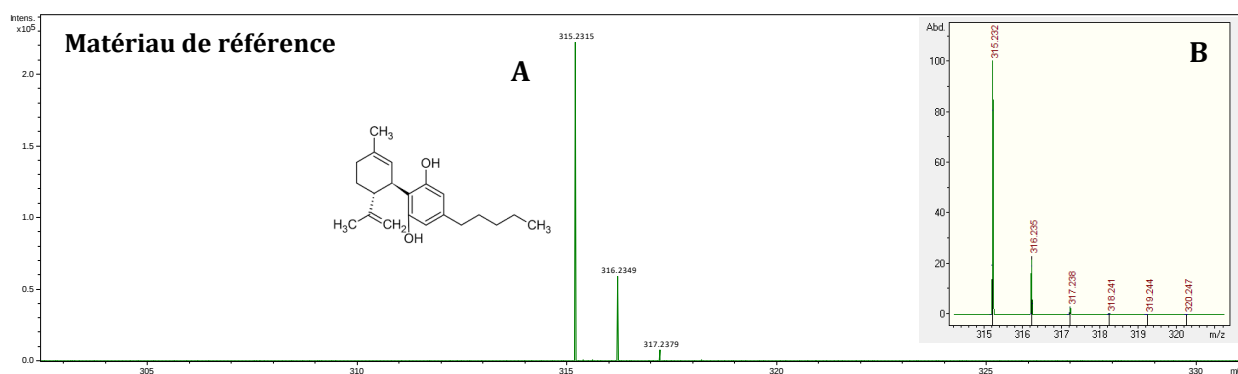


Figure 17: Confirmation du matériau de référence (standards analytique CBD) (m/z 315.2315) détecté à 8.60 min en spectrométrie de masse à haute résolution (LC-Qtof) avec le profil isotopique (A), profil isotopique théorique du composé CBD (B)