

血浆中9AA小肽含量的测定

张海明

应用及技术服务部

天津博纳艾杰尔科技有限公司, 天津开发区西区南大街179号, 300462

概述

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱串联质谱 (LC-MS/MS) 建立了大牛血浆中9AA小肽的前处理方法。样品经, Cleanert DZPRO-Peptide (5 mg/1 mL) 固相萃取柱净化, LC-MS/MS检测, Kinetex C18 (2.6 μ m, 2.1 $\times$ 50 mm) 色谱柱进行分离, 外标法进行定量。结果表明, 9AA小肽的加标回收率为大于70%, RSD小于10%, 能够满足检测要求。

关键词

小肽; Kinetex C18 ; Cleanert DZPRO-Peptide ; LC-MS/MS;

实验部分

3.1仪器、试剂与材料

3.1.1主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+高效液相色谱串联质谱仪;

3.1.2试剂材料

甲醇、乙腈、甲酸为质谱纯; 氨水为分析纯;

Cleanert DZPRO-Peptide (5 mg/1 mL) ;

3.1.3样品

取200uL血清加入10uL标品, 涡旋, 后加入400uL 1%氨水水溶液再次涡旋, 待净化;

3.1.4样品净化

依次用500uL甲醇、500uL水溶液活化小柱后取待净化液上样。待上样结束后依次用500uL淋洗小柱。待淋洗结束后, 使用100uL1%氨水甲醇溶液洗脱小柱两次, 将洗脱液涡旋后进样;

3.2仪器检测条件

3.2.1色谱条件

色谱柱: Kinetex F5 (2.1 $\times$ 50 mm, 2.6 μ m) ;

P/N: 00B-4723-AN

流动相: A: 0.1%甲酸水溶液;

B: 0.1%甲酸乙腈溶液

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 3 μ L

梯度:

时间 (min)	A%	B%
0.5	70	30
3	0	100
6	0	100
6.5	70	30
10	70	30

3.3实验结果

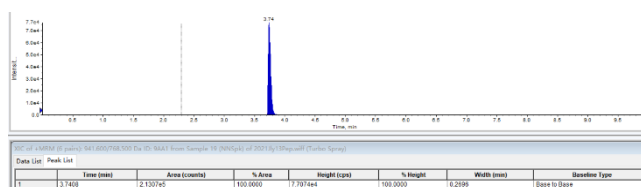


图1. 9AA小肽血浆基质SPK

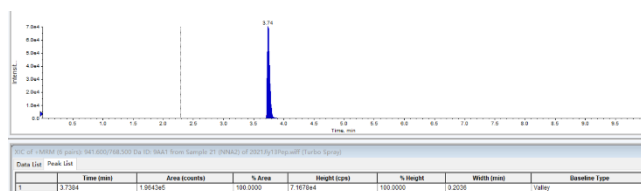


图2. 9AA小肽血浆基质加标回收

结论

本实验建立了血浆中9AA小肽含量的LC-MS/MS检测方法。相对回收率高于70%, n=3时 Rsd < 5%; 符合检测标要求。



Xccelerator 加速服务

探索分离, 使命加速

Mission to Accelerate Separation

在新药、仿制药研发和科学研究过程中, 抢占先机越来越多被大家提及, 同时在食品、环境、临床等行业的客户也都面临着项目周期压缩的压力。基于此, 我们成立了上海和天津两个方法开发服务中心, 为客户加快项目进度提供支持。

Xccelerator 以客户为中心, 以色谱技术为中心, 为药物研发和科学研究提供全方位加速服务。

三大研发中心

中国天津

地址: 天津市开发区西区南大街179号

电话: 400-606-8099

邮箱: cninfo@phenomenex.com

中国上海

地址: 上海市长宁区福泉北路518号1号楼1层

电话: 400-606-8099

邮箱: cninfo@phenomenex.com

美国总部

地址: 411 Madrid Avenue Torrance, CA 90501-1430, USA

Tel: +1 (310) 212-0555

Fax: +1 (310) 328-7768

Email: cninfo@phenomenex.com

仅用于研究目的, 不可用于临床诊断程序。

© 2022 天津博纳艾杰尔科技有限公司保留所有权利。



如果您对于本方法的执行有任何问题, 或想要了解更多信息,
请拨打400-606-8099 联系我们的技术专家, 我们很乐意为您提供帮助!

Confidential — Company Proprietary

