

血浆中曲普瑞林的测定

王姣

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

关键词

多肽; Peptide-1-MW; Luna Omega Palor C18;
LC-MS/MS

化合物信息

表1. 化合物信息

名称	CAS号	分子量	结构式
Triptorelin	57773-63-4	1079.3	C64H82N18O13

实验部分

3.1 仪器、试剂与材料

3.1.1 主要仪器设备

液相色谱串联质谱仪(AB SCIEX Triple Quad™4500), 配有电喷雾离子源(ESI);
96孔正压装置(Agela Cleanert M96);

3.1.2 试剂材料

96孔板: Peptide-1 -MW (5mg/1mL/Well,2ea/pk)
屈臣氏蒸馏水, 甲醇、甲酸、乙腈、氨水均为
色谱级。

3.1.3 样品基质

EDTA抗凝大牛血浆

3.1.4 标准品

Triptorelin标准品, 浓度1mg/mL, 由客户提供。

3.2 样品前处理方法

预处理: 100 μ L血浆加入5 μ L标准品溶液, 再加入100 μ L 2%氨水水溶液, 涡旋, 待净化;

活化: 96孔板依次使用 200 μ L甲醇、200 μ L水活化;

上样: 加载预处理后的血浆至活化后微孔板;

淋洗: 依次使用2%氨水200 μ L水、水500 μ L水、纯甲醇200 μ L淋洗微孔板;

洗脱: 用50 μ L洗脱液 (5%甲酸 甲醇: 水=4:1) 洗脱2次, 涡旋混合;

稀释: 再加入100 μ L水涡旋混合, 待检测。

3.3 仪器检测条件

3.3.1 色谱条件

色谱柱: Luna Omega Polar C18 (2.1 \times 50 mm, 1.6 μ m,100 \AA) ;

P/N:00B-4748-AN

流动相A相: 0.1%甲酸水溶液;

流动相B相: 0.1%甲酸乙腈溶液;

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 50 $^{\circ}$ C;

进样量: 20 μ L;

梯度程序见表2:

表2. 梯度条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	B (%)
0	0.4	10
0.5	0.4	10
4.0	0.4	70
4.1	0.4	95
4.5	0.4	95
4.6	0.4	10
6.0	0.4	10

3.3.2 质谱条件

离子源类型: 电喷雾离子源 (ESI+)

扫描方式: 多反应监测正负离子模式 (MRM)

喷雾针电压: 5500 V

离子源温度: 500 $^{\circ}$ C

加热器 (GS1): 35 psi

辅助加热气 (GS2): 70 psi

气帘气 (CUR): 35 psi

碰撞气 (CAD): High

为获得较好的稳定和灵敏度, 各化合物监测离子, 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!



子对的去簇电压（DP）和碰撞电压（CE），目标化合物定量离子对以及内标监测离子对等参数均需经过系统优化。本案例参数仅供参考不具备法律效力。

表3. 化合物定性、定量离子和质谱分析参数

化合物	Q1	Q3	DP/V	CE/V
Triptorelin	656.5	249.1	100	38
	656.5	328.3	100	30

3.4 结果与讨论

该方法线性范围0.025ng/mL~25ng/mL，线性良好（图1）。由表4可知，血浆中加标浓度在0.05ng/mL~25ng/mL范围内该化合物外标法回收率均在70%以上。LQD可以做到0.05ng/mL。

表4. 加标回收实验结果

	Sk1	Sk2	Sk3	Sk4	Sk5	Sk6
加标浓度ng/mL	0.05	0.25	0.5	2.5	5	25
回收率%	82.0%	70.3%	94.4%	85.1%	88.4%	77.3%

3.5 实验谱图

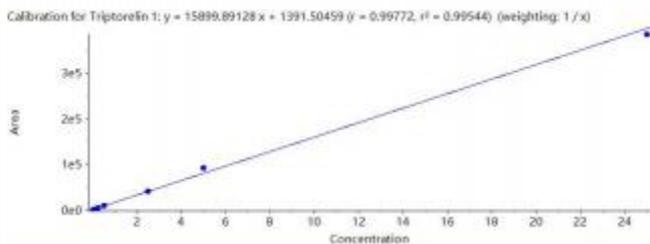


图1. 标准曲线

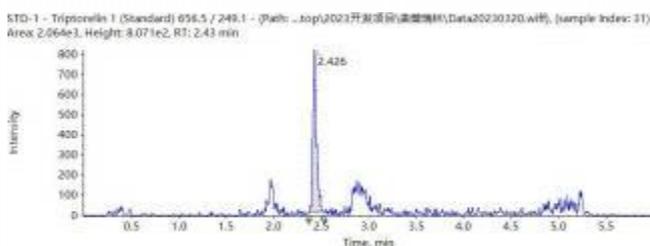


图2. Triptorelin 0.025ng/mL基质溶液标准品色谱图

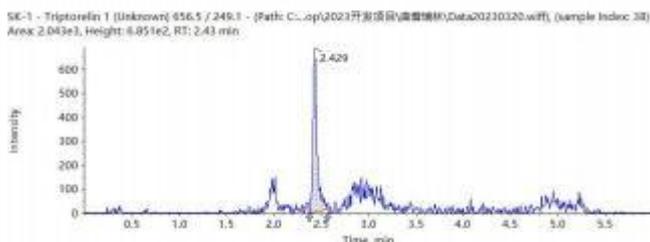


图3. Triptorelin 血浆浓度0.05ng/mL加标色谱图

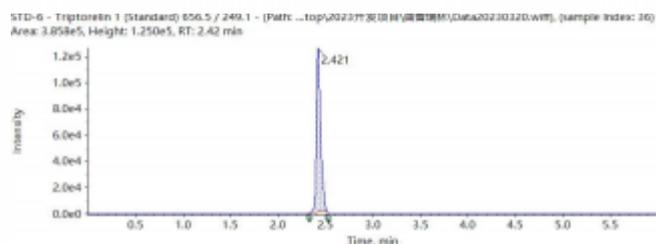


图4. Triptorelin 12.5 ng/mL基质溶液标准品色谱图

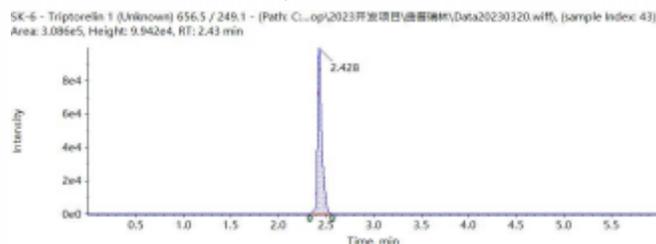


图5. Triptorelin 血浆浓度25 ng/mL加标色谱图

结论

本实验建立了血浆中曲普瑞林（Triptorelin）的定量方法，LQD可以满足0.05ng/mL，线性范围0.025ng/mL~25ng/mL，外标法回收率均在70%以上。





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!

phenomenex®