

血浆中秋水仙碱及沙利度胺的测定

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

秋水仙碱、沙利度胺为待测药: GWSJ、GWSM、GWSZ、DLDJ的内标物, 用户于多年前基于pe00501-mw开发的前处理方法由于孔检差异问题无法满足分析需求, 要求我们开发基于pe00501-mw的稳定解决方案。涉及保密问题, 本报告中非SPE部分均做模糊处理。

关键词

秋水仙碱; 沙利度胺; PE00501-MW; Kinetex C18; LC-MS/MS

化合物信息

表1. 化合物信息

名称	CAS号	分子量
秋水仙碱	64-86-8	399.4

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™4000+), 配有电喷雾离子源(ESI); 孔正压装置(Agela Cleanert M96); 氮吹浓缩仪(Agela Cleanert V96)。

3.1.2试剂材料

96孔板: PE00501-MW
屈臣氏蒸馏水, 甲醇、乙酸铵、甲酸为色谱级。

3.1.3样品基质

EDTA抗凝大牛血浆

3.2样品前处理方法

预处理: 200 μ L血浆加入200 μ L 2%甲酸水溶液, 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: 500 μ L 水淋洗微孔板;

洗脱: 用100 μ L 甲醇洗脱2次, 涡旋混合;

氮干复溶: 40 $^{\circ}$ C 氮气干燥后, 加入200 μ L 甲醇1 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: Kinetex C18 (2.1 \times 50 mm, 2.6 μ m, 100 \AA); P/N: 00B-4462-AN

流动相A相: 10mM 乙酸铵水溶液;

流动相B相: 甲醇;

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40 $^{\circ}$ C;

进样量: 5 μ L;

梯度程序见表2:

表2. 梯度条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	B (%)
0	0.3	10
0.5	0.3	10
3.0	0.3	100
5.5	0.3	100
6.0	0.3	10
10.0	0.3	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) : 50 psi

辅助加热气 (GS2) : 50 psi

气帘气 (CUR) : 30 psi

碰撞气 (CAD) : 10 psi

为获得较好的稳定和灵敏度, 各化合物监测离子对的去簇电压 (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
秋水仙碱	400.4	310.2	80	30
沙利度胺	259.1	84.2	36	17

3.4结果与讨论

由表4可知多秋水仙碱在该模式下的外标法回收率均大于85%, 相对标准偏差RSD小于10%可以满足分析需求。

表4. 加标回收实验结果

化合物	外标法相对回收率 %	RSD % (n=3)
秋水仙碱	85	4.7

3.5实验谱图

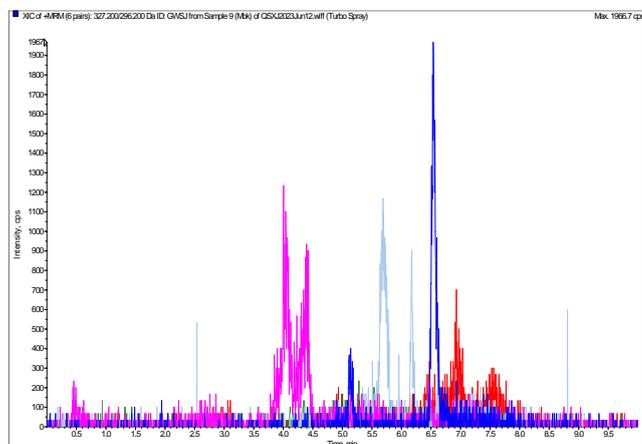


图1. 空白血浆总XIC色谱图

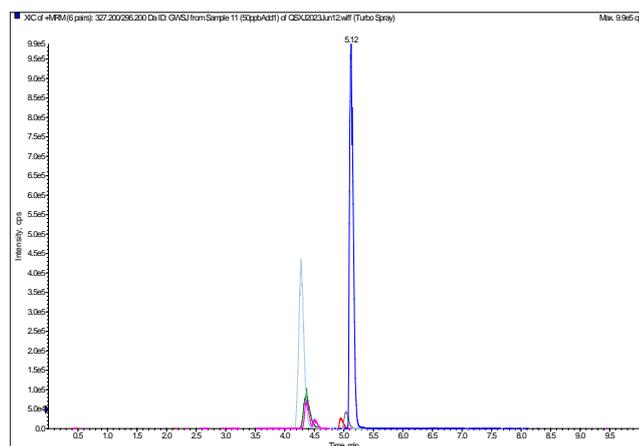


图2. 化合物在血浆中 50ng/ml加标回收色谱图



结论

本实验建立了血浆中秋水仙碱、沙利度胺等化合物的检测方法，其回收率高于85%，rsd小于10%，能够满足分析的需求。



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！

phenomenex[®]