

对比两种净化技术及其在血清中39种止痛药物的快速分析的应用

Shahana Huq
Phenomenex, Inc., 411 Madrid Ave., Torrance, CA 90501, USA

概述

在此应用中,对于血清净化,对比了单一蛋白质沉淀方案和增加磷脂去除产品的方案。使用 Kinetex 2.6 μm 联苯色谱柱进行分析。图1和图2 中显示出相似的分离结果。图3 中的痕量磷脂显示了两种净化技术之间的差异,并显示了净化步骤中必须要加入 Phree 的原因以及表1 中两种净化技术的回收率对比。

样品制备方案

样品预处理	将 200 μL 的血清加入到一个试管中,并添加 600 μL 的冷冻 (0~-20°C) 乙腈/甲醇溶液 (配制95:5), 并打涡旋/混合5~10秒。以 3000 rpm 离心时间10分钟,取上清液,并添加 25 μL 的1%甲酸
上样	把预处理样品加到 Phree 96 孔板上 (产品货号:8E-S133-TGB)
真空	在4~5 psi 条件下收集上清液
干燥	在温度为 40~45°C 氮气流量温和的条件下吹干
复溶	加入 200 μL 的初始流动相

LC 条件

(用于具有代表性的色谱图)

色谱柱: Kinetex® 2.6 μm Biphenyl
规格: 50 x 3.0 mm
货号: 00B-4622-Y0
流动相: A相:0.1%甲酸水溶液
 B相:(浓度为0.1%)甲酸的甲醇溶液
梯度:

时间(min)	B (%)
0	15
3.5	95
5	95
5.01	15
7	15

进样: 5 μL
流速: 0.5 mL/min
柱温: 室温
检测器: SCIEX 4500 MS/MS (ESI+)
系统: Agilent Technologies 1200系列

(用于磷脂比较)

色谱柱: Kinetex® 2.6 μm C18
规格: 50 x 2.1mm
货号: 00B-4462-AN
流动相: A相:0.1%甲酸水溶液
 B相:(浓度为0.1%)甲酸的甲醇溶液
梯度:

时间(min)	B (%)
0	40
0.5	95
11.5	95
11.51	40
13.5	40

进样: 1 μL
流速: 0.4 mL/min
柱温: 40°C
检测器: SCIEX 4500 MS/MS (ESI+)
系统: Agilent Technologies 1200系列

图1. 利用蛋白质沉淀法制备的 39 种止痛药物的分离

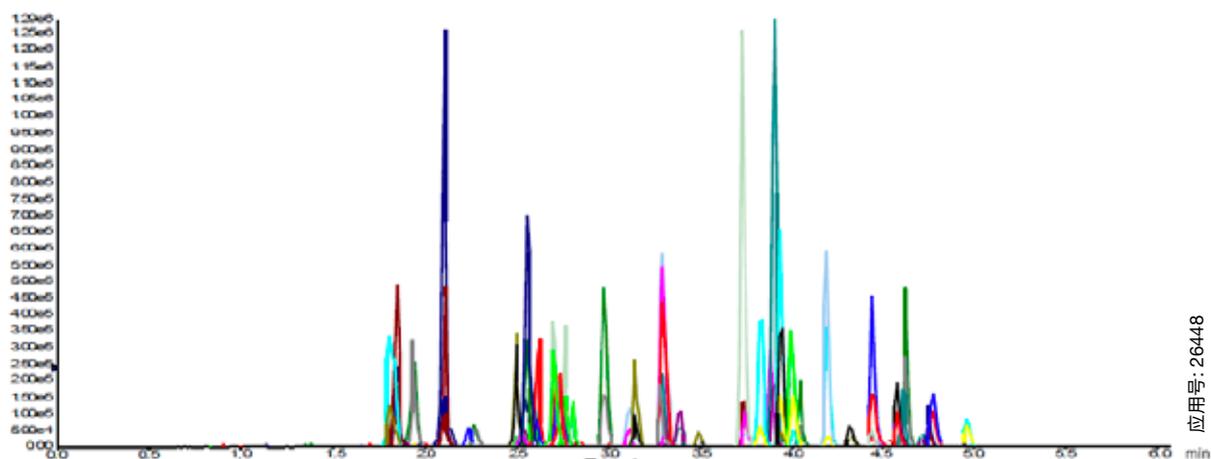


图2. 利用蛋白质沉淀法和 Phree™ 磷脂去除法制备的 39 种止痛药的分离

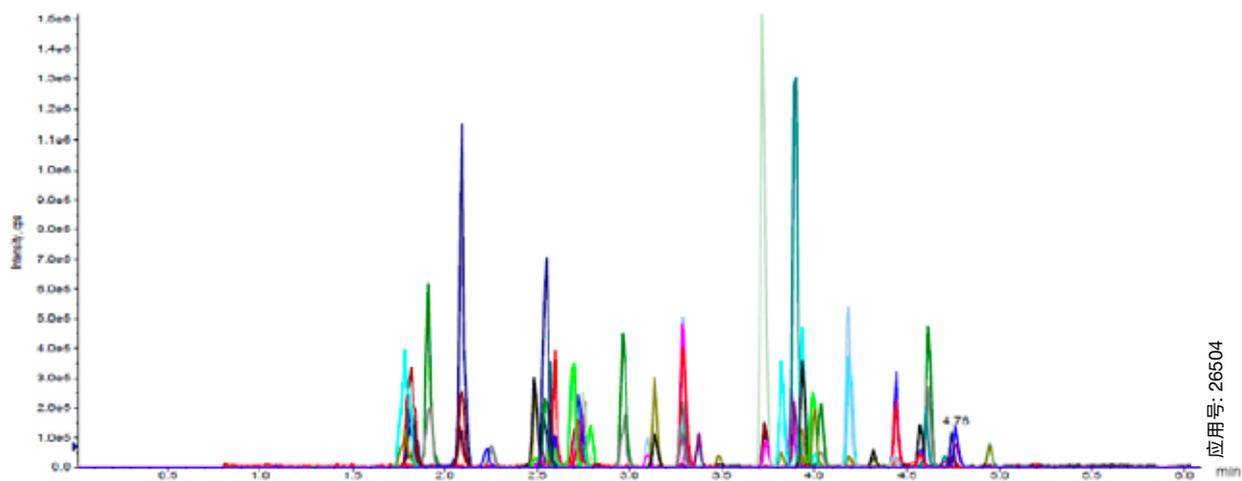
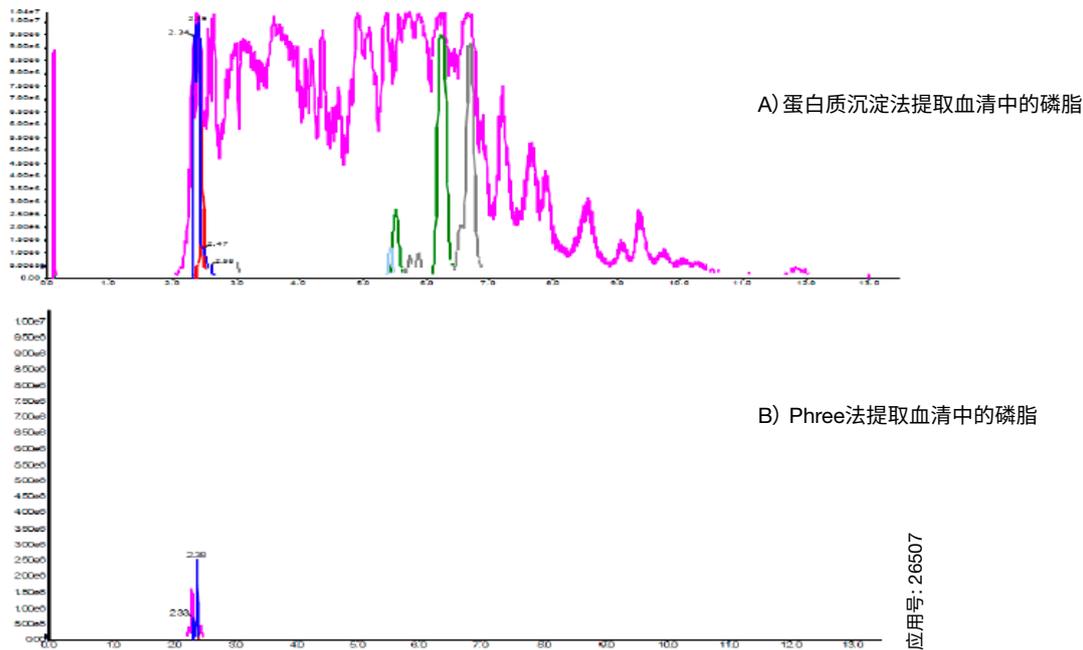


表1. 蛋白质沉淀法和磷脂去除法对分析39种分析物的回收率和 CVs 比较

峰编号	分析物名称	RT(min)	Q1	Q3	蛋白质沉淀法		Phree PLR	
					% Rec.	% CV(n=4)	% Rec.	% CV(n=4)
1	阿普唑仑	4.8	309.1	281.1	93	4.3	107	5.6
2	安非他明	2.3	136.1	91.1	88	9.6	81	8.8
3	苯甲酰爱康宁	3.3	290.1	168.1	87	3.9	91	13.8
4	可待因	2.6	300.2	152.1	84	7.5	91	15.2
5	地西洋	4.9	285	193.2	85	9.9	91	12
6	二亚甲基双氧苯丙胺	2.9	194.1	105.1	75	0.9	95	12.4
7	甲基苯丙胺	2.6	150.1	91	78	13.5	85	15
8	去甲丁丙诺啡	3.6	414.3	83.2	95	10.3	93	13.4
9	奥沙西洋	4.4	287	241	93	4.1	100	5.1
10	羟吗啡酮	2	302.1	227	72	11.7	73	4.8
11	苯环己哌啶	4	244.3	91	80	7.4	95	10.3
12	丙氧芬	4	340.3	266.3	93	12.5	100	10.6
13	舒芬太尼	4.1	387.2	238.1	92	14.3	90	3.2
14	6MAM	2.57	328.1	165.1	71	2.9	80	13.5
15	丁丙诺啡	3.9	468.3	55.2	93	12.5	97	10.6
16	卡立普多	3.9	261.1	176.2	103	11.9	98	11
17	氯硝西洋	4.4	316.1	270.1	94	2	96	6.5
18	EDDP	4.2	278.2	234.2	84	4.1	88	4.8
19	芬太尼	3.9	337.3	105.1	103	9.3	105	11.6
20	氟硝西洋	4.7	314.1	268.2	86	1.9	97	3.3
21	氟西洋	4	388.2	315.2	112	13.3	104	3.8
22	氢可酮	2.8	300.2	199	85	8.6	94	14.2
23	二氢吗啡酮	2.1	286.1	185.1	78	7.2	82	12.6
24	氯羟去甲安定	4.3	321	275	100	4.1	109	12.3
25	MDA	2.7	180.1	133	78	7	93	8.8
26	MDEA	3	208.2	163	81	9.7	91	15.3
27	哌替啶	3.4	248.2	220.2	98	4.9	95	7.2
28	美沙酮	4.4	310	265	99	14.9	99	7.1
29	咪达唑仑	4.1	326.1	291.1	107	11.1	93	8.6
30	吗啡	1.9	286.1	152.1	92	15.7	94	5.4
31	纳洛酮	2.56	328.2	212	76	15.1	104	8.5
32	纳曲酮	2.8	342.2	267.1	94	14.1	92	10.5
33	去甲西洋	4.64	271	140	98	5.3	98	8.9
34	去甲芬太尼	3.2	233.2	84.1	99	6.5	94	11.2
35	去甲哌啶	3.4	234.1	160.1	93	8.5	86	13.1
36	去甲丙氧酚	4.1	308.2	100.1	99	15	97	4.4
37	羟考酮	2.8	316.1	241.2	95	2.4	110	7.6
38	替马西洋	4.7	301.1	255.1	90	4.6	89	5.8
39	曲马多	3.2	264.1	58.1	87	10.2	89	13.9
39种分析物的回收率范围					71~112%		73~110%	

图2. 利用蛋白质沉淀法和 Phree™ 磷脂去除法制备的 39 种止痛药的分离



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,我们很乐意为您提供帮助!
请访问 <https://www.phenomenex.com.cn/chatcn>, 联系我们的技术专家。

Australia 澳大利亚
电话: +61 (0)2-9428-6444
auserinfo@phenomenex.com

Austria 奥地利
电话: +43 (0)1-319-1301
anfrage@phenomenex.com

Belgium 比利时
电话: +32 (0)2 503 4015 (法语)
电话: +32 (0)2 511 8666 (荷兰语)
beinfo@phenomenex.com

Canada 加拿大
电话: +1 (800) 543-3681
info@phenomenex.com

China 中国
电话: +86 400-606-8099
cninfo@phenomenex.com

Czech Republic 捷克共和国
电话: +420 272 017 077
cz-info@phenomenex.com

Denmark 丹麦
电话: +45 4824 8048
nordicinfo@phenomenex.com

Finland 芬兰
电话: +358 (0)9 4789 0063
nordicinfo@phenomenex.com

France 法国
电话: +33 (0)1 30 09 21 10
franceinfo@phenomenex.com

Germany 德国
电话: +49 (0)6021-58830-0
anfrage@phenomenex.com

Hong Kong, China 中国香港
电话: +852 6012 8162
hkinfo@phenomenex.com

India 印度
电话: +91 (0)40-3012 2400
indiainfo@phenomenex.com

Indonesia 印度尼西亚
电话: +62 (0)21 5010 9707
indoinfo@phenomenex.com

Ireland 爱尔兰
电话: +353 (0)1 247 5405
eireinfo@phenomenex.com

Italy 意大利
电话: +39 051 6327511
italiainfo@phenomenex.com

Japan 日本
电话: +81 (0)120-149-262
jpinfo@phenomenex.com

Luxembourg 卢森堡
电话: +31 (0)30-2418700
nlinfo@phenomenex.com

Mexico 墨西哥
电话: 01-800-844-5226
tecnicomx@phenomenex.com

The Netherlands 荷兰
电话: +31 (0)30-2418700
nlinfo@phenomenex.com

New Zealand 新西兰
电话: +64 (0)9-4780951
nzinfo@phenomenex.com

Norway 挪威
电话: +47 810 02 005
nordicinfo@phenomenex.com

Poland 波兰
电话: +48 22 104 21 72
pl-info@phenomenex.com

Portugal 葡萄牙
电话: +351 221 450 488
ptinfo@phenomenex.com

Singapore 新加坡
电话: +65 800-852-3944
sginfo@phenomenex.com

Slovakia 斯洛伐克
电话: +420 272 017 077
sk-info@phenomenex.com

Spain 西班牙
电话: +34 91-413-8613
espinfo@phenomenex.com

Sweden 瑞典
电话: +46 (0)8 611 6950
nordicinfo@phenomenex.com

Switzerland 瑞士
电话: +41 (0)61 692 20 20
swissinfo@phenomenex.com

Thailand 泰国
电话: +66 (0) 2 566 0287
thaiinfo@phenomenex.com

United Kingdom 英国
电话: +44 (0)1625-501367
ukinfo@phenomenex.com

USA 美国
电话: +1 (310) 212-0555
info@phenomenex.com

**所有其他国家/地区
请联系美国总部**
电话: +1 (310) 212-0555
info@phenomenex.com

www.phenomenex.com

Phenomenex 产品在全球各地有售。如需了解您所在国家/地区的分销商，
请联系Phenomenex美国国际部，邮箱地址为 international@phenomenex.com

条款和条件

本文档受 Phenomenex 标准条款与条件的约束，具体详情请浏览
www.phenomenex.com.cn/TermsAndConditions

商标

Kinetex 是 Phenomenex 的注册商标。Phree 是 Phenomenex 的商标。
对比不代表所有应用。

仅用于研究目的。并非用于临床诊断流程。

© 2022 Phenomenex, Inc. 保留所有权利。

AN22130222_cn



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，我们很乐意为您提供帮助！
请访问 <https://www.phenomenex.com.cn/chatcn>，联系我们的技术专家。

