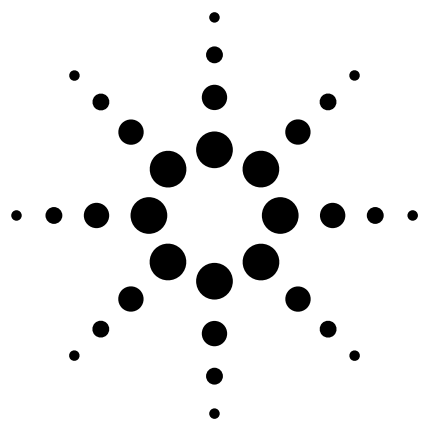




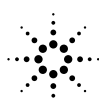
在液相 / 离子阱质谱联用仪定量分析中共流出内标物浓度对其分析动态范围的影响

液相 / 离子阱质谱
应用简报 5988-2208CHCN

前言

早期的离子阱质谱不太适合定量分析。共流出内标的浓度变化,如氘代内标的浓度会影响定量线性范围,从而影响了定量分析结果。现在的离子阱质谱有了很大的进步,改进的设计解决了上述问题。外离子源设计,如大气压电离源被普遍用于液相/质谱分析。其定量线性范围超过三个数量级,可以得到极佳的定量分析结果。本文介绍了利用安捷伦的离子阱质谱在很宽的共流出内标物的浓度范围内,也可得到极好的线性范围。

在高通量定量分析中,离子阱质谱在一些方面优于传统的串接四极杆质谱。这些优点包括,可以采集全扫描的质谱/质谱图,但不损失灵敏度,同时可以选择定量离子,而无需再采集数据,并且还可以把多个定量离子加合起来定量以提高灵敏度。



Agilent Technologies

Innovating the HP Way

实验条件

所有的实验都是在安捷伦 1100 液相 / 离子阱质谱上进行的, 其中液相包括二元泵, 自动进样器, 柱温箱和真空在线脱气机。离子阱质谱采用的是正离子模式的电喷雾电离源(ESI)。

特布他林和它的氘代物, 特布他林-d₉ 内标物是从 AstraZeneca, Swenden 购买的。特布他林是博利康尼中的活性组份, 是治疗哮喘的处方药。此药物通过舒张支气管及血管中平滑肌起到支气管扩张器的作用。利用全扫描质谱 / 质谱模式进行特布他林的定量分析。定量离子按下述公式选择:

特布他林:

226 (*m/z*) 的 MS/MS -> *m/z* 152+ *m/z* 170

特布他林-d₉:

235 (*m/z*) 的 MS/MS -> *m/z* 152+ *m/z* 153+ *m/z* 171

以特布他林-d₉ 为内标, 特布他林的浓度从 3.3 pg 至 3.3 ng 的范围内, 建立校正曲线。为了证明内标物的浓度增加不会影响液相 / 离子阱质谱的操作性能, 在每一个水平上, 内标浓度增加 10, 100 及 1000 倍。

分析方法

液相 / 质谱 / 质谱

色谱柱:	Zorbax SB C ₁₈ 150 x 3 mm,
流速:	400 µl/min
进样体积:	50 µl
流动相:	A = 1% 醋酸溶液 B = 甲醇
梯度:	等梯度(15% B)

质谱条件

电离源模式:	电喷雾电离源
干燥气:	9 l/min
雾化气压力:	35 psi
干燥气温度:	350°C
锥型体 1:	25 V
毛细管出口补偿:	70 V
平均(average):	2
ICC:	on
最大积聚时间:	300 ms
目标(target):	12000
分离离子峰宽:	<i>m/z</i> 1.5
碰撞断裂振幅:	0.77 V

结果与讨论

图1为特布他林和特布他林-d₉的萃取离子流图, 包括其全扫描的质谱/质谱图。特布他林的全扫描质谱/质谱图有三个主要离子, 分别为 m/z 208.0, 169.9 和 152.0。其中 m/z 208.0 为丢失一个水分子的离子。 m/z 169.9 为丢失一个异丁烯的离子, 而 m/z 152.0 为丢失一个水分子, 再丢失一个异丁烯的离子。

特布他林-d₉的全扫描的质谱/质谱图有三个主要离子, 分别为 m/z 217.1, 170.9, 153.1 和 152.1。其中 m/z 217.1 为丢失一个水分子的离子。 m/z 170.9 为丢失一个d₉-异丁烯的离子, 而 m/z 153.1 和 152.1 为丢失一个水分子, 再丢失一个d₉-异丁烯的离子。两不同的离子是因为有时会丢失氘代水。

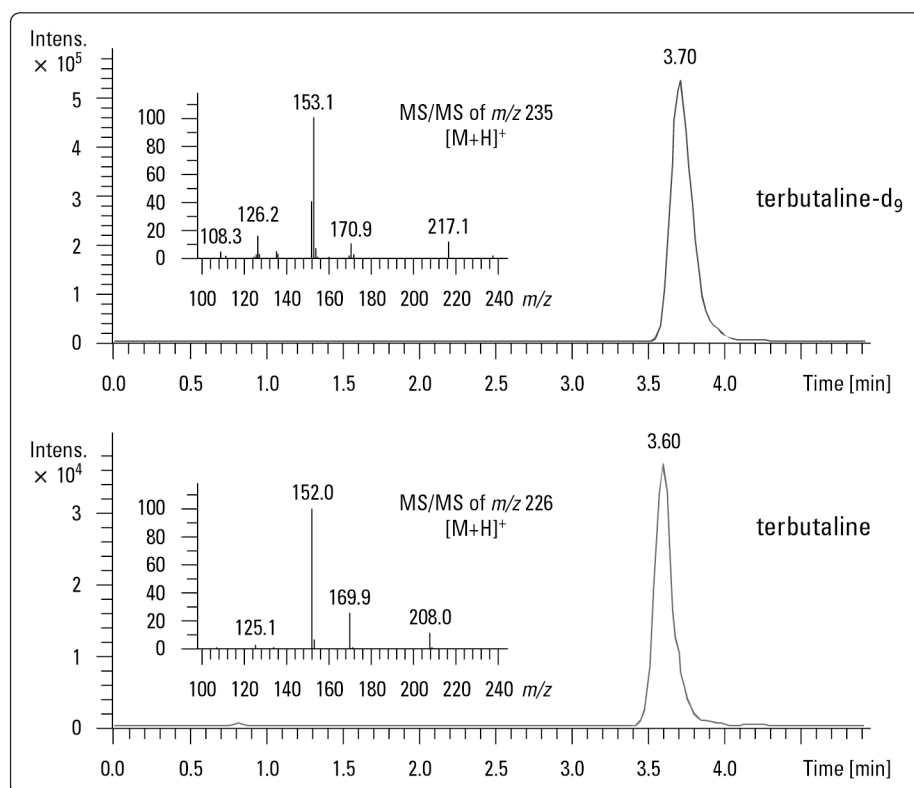


图1. 特布他林和特布他林-d₉的萃取离子流图, 特布他林和特布他林-d₉的全扫描质谱/质谱图

图2为校正曲线的动态线性范围, 共流出内标的浓度为 0.395 ng, 线性范围超过三个数量级。图3-5为共流出

内标的浓度分别超过 10, 100 和 1000 倍的校正曲线。从结果得出, 即使共流出内标的浓度很大时, 其线性动态范围及相关性都很好。

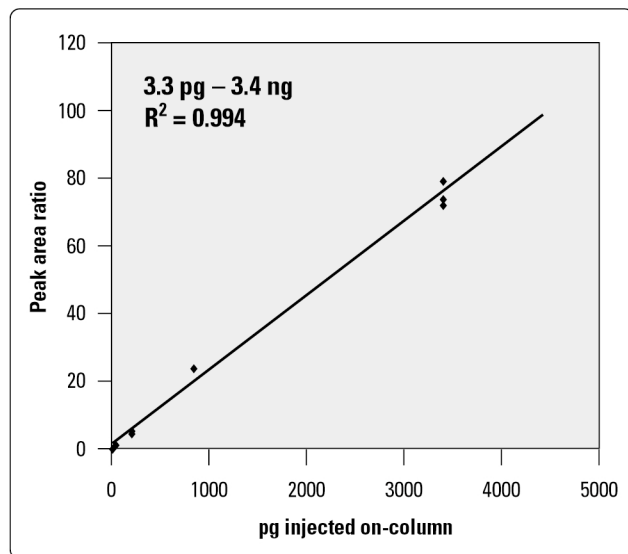


图 2. 为特布他林的定量校正曲线, 内标量为 0.395 ng

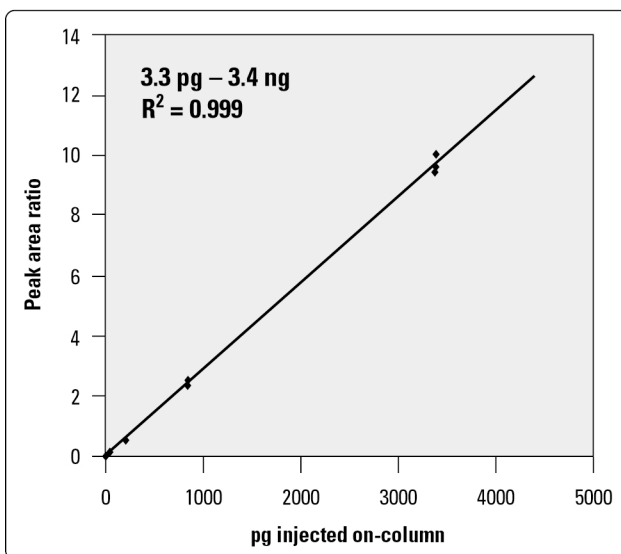


图 3. 为特布他林的定量校正曲线, 内标量为 3.95 ng

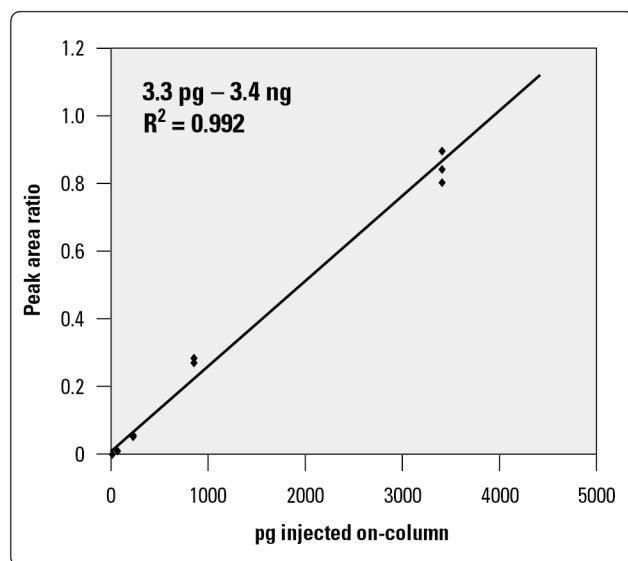


图 4. 为特布他林的定量校正曲线, 内标量为 39.5 ng

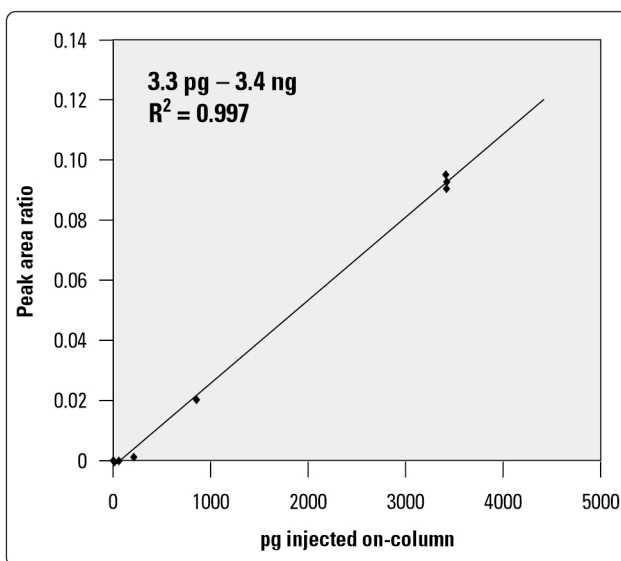


图 5. 为特布他林的定量校正曲线, 内标量为 395 ng

结论

液相/离子阱质谱的定量线性范围超过三个数量级。共流出内标的浓度很大时，也不会影响动态线性范围及仪器的分析性能。全扫描的质谱/质谱分析同时也提供了结构信息，从而可以提高了化合物定性的可靠性。液相/离子阱质谱具有定量分析速度快等优点。

参考文献

Magnus Jornten-Karlsson and **Bengt-Olof Axelsson** are research chemists at AstraZeneca in Lund, Sweden.

Linda L. Lopez is an applications chemist at Agilent Technologies in Palo Alto, California, U.S.A.

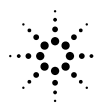
www.agilent.com/chem

安捷伦科技公司对本材料可能存在的错误或装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

安捷伦科技公司版权所有©，2001

2001 月 11 月 28 日中国印刷
出版号：5988-2208CHCN



Agilent Technologies
Innovating the HP Way