

利用MaxPeak高性能表面和Atlantis Premier BEH C₁₈ AX色谱柱提高LC-MS分析的灵敏度

Kerri M. Smith, Paul D. Rainville

Waters Corporation

这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

本应用简报展示了MaxPeak HPS在混合模式Waters Atlantis Premier BEH C₁₈ AX色谱柱中的优势。

优势

MaxPeak高性能表面(HPS)是一项创新技术，旨在通过尽可能减少负极性分析物和容器表面的相互作用而减少样品损失，提高分析物的回收率，改善重现性和灵敏度。

简介

化合物分离和检测中的差异性可能由多种因素引起。其中一种就是分析物与分析柱表面化合物的相互作用¹。此类相互作用会产生问题，对于极低浓度的分析物而言，影响尤为严重。为解决这一问题，沃特世使用MaxPeak高性能表面(HPS)开发出一种新型色谱柱硬件。MaxPeak HPS是专为提高分析物回收率、灵敏度和分析重现性而开发

的创新技术，能够最大限度减少分析物与表面相互作用，避免样品损失。Atlantis PREMIER BEH C₁₈ AX色谱柱是首款采用MaxPeak HPS技术的色谱柱。它是一种混合模式阴离子交换(AX)色谱柱，旨在改善极性酸性分析物在反相色谱条件下的保留能力，同时最大限度减少阴性分析物与容器表面的化合物相互作用²。

本研究在采用和未采用MaxPeak HPS色谱柱硬件的条件下使用Atlantis BEH C₁₈ AX材料检测在金属环境中不稳定的化合物、药物和生物代谢物。

结果与讨论

已知磷酸化合物能够与不锈钢发生相互作用导致分析物回收率降低，并且随着磷酸化部分的数量增加，这种相互作用也会提高³。为展示MaxPeak HPS色谱柱硬件的优势，在采用和未采用MaxPeak HPS色谱柱硬件的条件下，利用Atlantis Premier BEH C₁₈ AX材料对腺苷5'-单磷酸(AMP)和腺苷5'-三磷酸(ATP)的标准溶液进行色谱分离。图1显示了在3分钟内使用90:10乙腈/水作为流动相，10 mM乙酸铵溶液以线性梯度增加至100% 10 mM乙酸铵时(pH 9.2)，分离标准溶液所得到的分析结果。采用MaxPeak HPS硬件后，AMP的峰面积增加了1.5倍，ATP的峰面积增加了19倍。这些结果符合多磷酸化化合物的分析趋势。

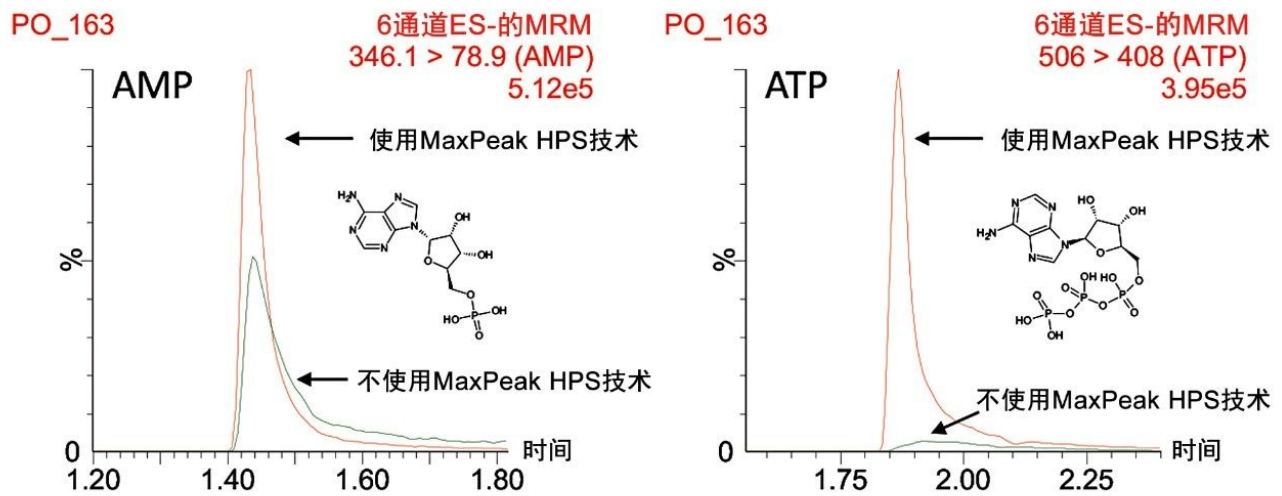


图1.在采用MaxPeak HPS色谱柱硬件（红线）和标准色谱柱硬件（绿线）的条件下，使用Atlantis BEH C₁₈ AX吸附剂得到的AMP（左图）和ATP（右图）分离结果。

为进一步研究新型色谱柱硬件的优势，我们使用分别包含10 mM甲酸铵(pH 3.0)的水和ACN梯度对其他化合物（包括药物和生物代谢物）进行检测。这些化合物涵盖各种分子特性和大小。所测四种化合物的示例如图2所示。使用MaxPeak HPS色谱柱硬件进行分析时，二氮嗪（降压药）、比卡鲁胺（抗雄激素药）、沙美特罗（哮喘治疗药物）和龙胆酸（潜在的癌症生物标志物）的峰面积分别增加了1.6倍、1.6倍、1.3倍和1.5倍。二氮嗪和比卡鲁胺均包含二氧化硫，这是一种可能与金属发生相互作用的成分^{4,5}。实际上，二氮嗪的一种可能的作用机制是与碳酸酐酶的Zn²⁺中心结合，从而发挥抑制剂的作用⁶。龙胆酸含有羧酸和羟基部分，而沙美特罗含有羟基和氮结构，在特定的空间排列中，它们可用作路易斯碱并与金属形成螯合物⁵。这些结果表明，即使看似无害的分子成分，也可能影响化合物的回收率，进而影响分析灵敏度。MaxPeak HPS可通过形成惰性表面减轻这些影响，从而防止化合物与金属发生相互作用。

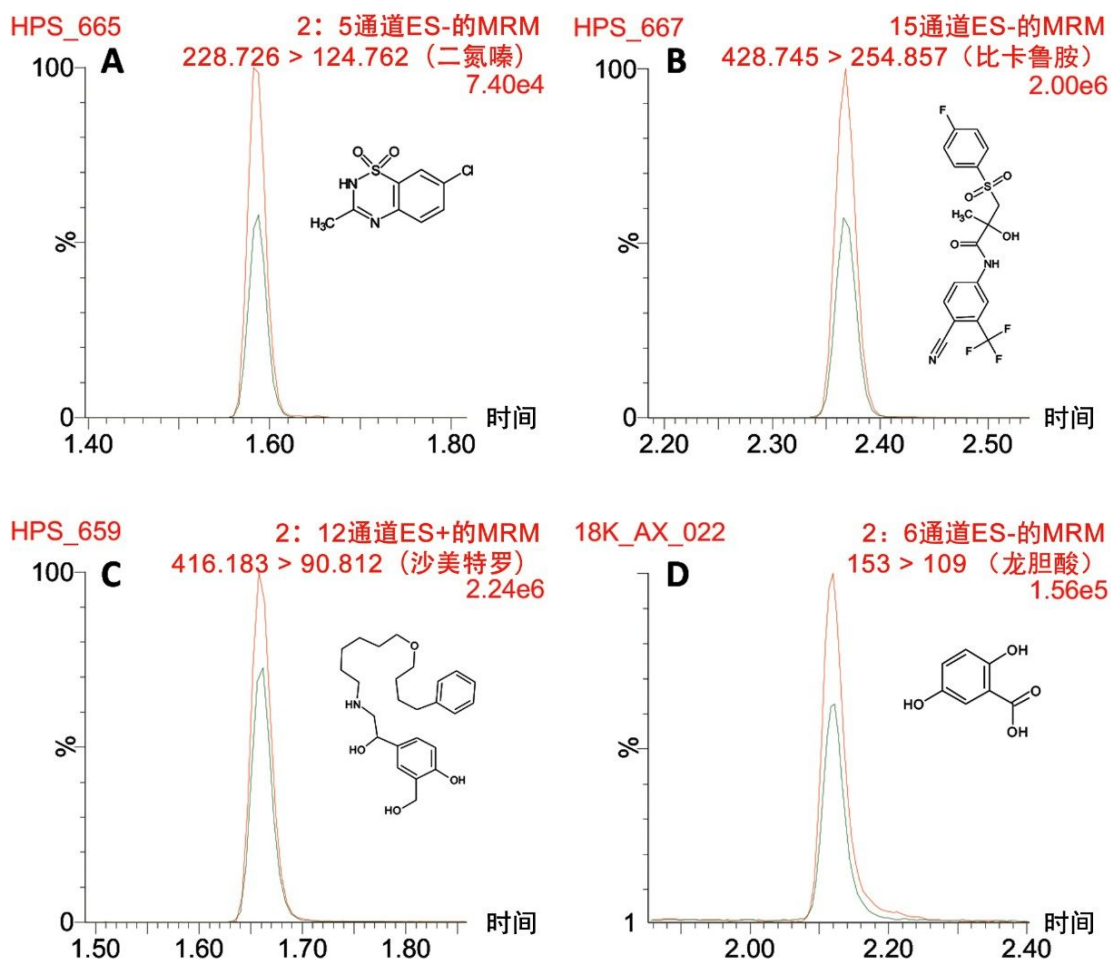


图2.在采用MaxPeak HPS色谱柱硬件（红线）和标准色谱柱硬件（绿线）的条件下，使用Atlantis BEH C₁₈ AX吸附剂分析二氮嗪(A)、比卡鲁胺(B)、沙美特罗(C)和龙胆酸(D)得到的峰面积回收率。

结论

本研究展示了Atlantis Premier BEH C₁₈ AX色谱柱采用MaxPeak HPS的优势。比较采用和未采用MaxPeak HPS的色谱柱时，观察到LC-MS条件下的色谱峰面积增加了1.3-19倍。本研究中检测了许多类别的化合物，例如，磷酸化化合物、药物和生物代谢物，展示了使用该技术的优势。

参考资料

1. Sakamaki, H. *et al.* Evaluation of Column Hardware on Liquid Chromatography-Mass Spectrometry of Phosphorylated Compounds. *J. Chrom.A.* 2015, 1381, 125-131.
2. Walter, T.H. *et al.* A New Mixed-Mode Reversed-Phase/Anion-Exchange Stationary Phase Based on Hybrid Particles. Waters Corporation, Application Note, 720006742 <<https://www.waters.com/nextgen/us/en/library/application-notes/2020/a-new-mixed-mode-reversed-phase-anion-exchange-stationary-phase-based-on-hybrid-particles.html>> , 2020
3. Tuytten, R. *et al.* Stainless-Steel Electrospray Probe: A Dead End for Phosphorylated Organic Compounds? *J. Chrom.A.* 2006, 1104, 209-221.
4. Schenk, W.A. The Coordination Chemistry of Small Sulfur-Containing Molecules: A Personal Perspective. *Dalton Trans.* 2011, 40, 1209-1219.
5. Hancock, R.D. and Martell, A.E. Ligand Design for Selective Complexation of Metal Ions in Aqueous Solution. *Chem.Rev.* 1989, 89, 1875-1914.
6. Chen, AY. *et al.* Targeting Metalloenzymes for Therapeutic Intervention. *Chem.Rev.* 2019, 119, 1323-1455.

720006745ZH, 2020年1月

©2019 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私](#) [商标](#) [网站地图](#) [招聘](#) [Cookie](#) [Cookie](#) [设置](#)

沪 ICP 备06003546号-2

京公网安备 31011502007476号