

SCIEX Triple Quad™ 7500系统定量分析苯硼酸类化合物

Quantitative Analysis of Phenylboric acid compounds by SCIEX Triple Quad™ 7500 System

陈俊苗, 司丹丹, 龙志敏

Junmiao Chen, Dandan Si, Zhimin Long

SCIEX应用技术中心, 中国

SCIEX, China

Key words: SCIEX Triple Quad™ 7500 system, Phenylboric acid, Boric acid

前言

苯硼酸及其衍生物可以与多羟基化合物（多糖，糖脂，糖蛋白及核苷酸等物质）形成可逆络合物，利用苯硼酸可将其对多羟基物质的识别功能用于自律式给药系统或者调节某些生命活动，因而苯硼酸及其衍生物受到研究者的关注和重视^[1]。

另外，苯硼酸及其衍生物也是合成有机化合物常用的原料和中间体。本方法通过 SCIEX Triple Quad™ 7500系统对7种苯硼酸类化合物进行高灵敏度的定量分析，7种化合物分别是苯硼酸，4-甲基苯硼酸，4-氟基苯硼酸，4-甲氧基苯硼酸，3,5-二氟苯硼酸，5-氟-2-甲氧基苯硼酸和2,5-二甲氧基苯硼酸，方法特点如下：

1. 使用 SCIEX Triple Quad™ 7500系统，能够实现快速分析、操作简单的同时获得检测灵敏度高的 LC-MS/MS方法。
2. 该方法灵敏度高，7个化合物定量下限（LLOQ）范围在0.5 pg/mL 到10 pg/mL之间，方法流动相简单、特异性强。
3. 方法有较宽的线性范围以及良好的定量重现性（RSD < 3%）。

实验方法

1. 标品的配制

所有7种苯硼酸类化合物的标准品称取适量粉末，用甲醇溶解至1 mg/mL单标，分别取适量单标混合为10 µg/mL混合标品，用50%甲醇水溶液稀释混合标品到不同浓度配置标准曲线。

2. 液相条件

液相：Exion LC™ 30AD系统

色谱柱：BEH C18（100 × 3 mm，1.7 µm）

流动相：A：水（100%）

B：乙腈（100%）

流速：0.3 ml/min

柱温：40°C

梯度洗脱，洗脱程序如表1：

表1. 液相梯度条件

时间 (min)	A%	B%
0	85	15
1	85	15
4	0	100
5	0	100
5.1	85	15
7	85	15

3. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 7500系统

数据采集方法：MRM（多反应监测）

离子源：ESI源，负离子模式

离子源参数：

IS电压: 1600 V 气帘气 CUR: 40 psi
 碰撞气 CAD: 9 雾化气 GS1: 35 psi
 辅助气 GS2: 70 psi 源温度 TEM: 500 °C
 多反应监测离子通道如表2:

表2. 苯硼酸及其衍生物的MRM离子对信息

化合物名称	英文名	Q1 Mass	Q3 Mass	CE
苯硼酸	Phenyl boric acid	121.1	43	-22
4-甲基苯硼酸	4-Methylphenyl boric acid	135.1	43	-25
4-氰基苯硼酸	4-Cyanophenyl boric acid	146.1	43	-26
4-甲氧基苯硼酸	4-Methoxyphenyl boric acid	151	43	-31
3,5-二氟苯硼酸	3,5-Difluorophenyl boric acid	157	43	-33
5-氟-2-甲氧基苯硼酸	5-Fluoro-2-methoxyphenyl boric acid	169.1	43	-21
2, 5-二甲氧基苯硼酸	2,5-Dimethoxyphenyl boric acid	181.1	43	-40

实验结果

灵敏度 and 线性

本实验采用水和纯乙腈作为流动相，体系简单易操作且方法灵敏度高。通过 SCIEX Triple Quad™ 7500系统对7种苯硼酸类化合物直接定量，7种苯硼酸类化合物最低定量下限可到0.5 pg/mL，各化合物LLOQ浓度点的峰图信息见图1。方法选择性好，灵敏度高，且空白中无干扰。7种苯硼酸类化合物的回归方程和线性范围见图2，各化合物在线性范围内的线性关系良好。

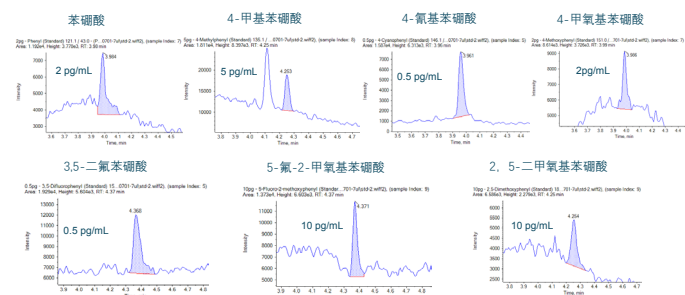


图1. 7种苯硼酸类化合物的LLOQ峰图信息。

重现性和准确性

为了考察方法的重现性，分别将7个化合物的最低定量限 (LLOQ) 样品进行重现性分析，所有化合物的精密度 (RSD) 均小于3%，详细的LLOQ浓度及RSD值见表3。

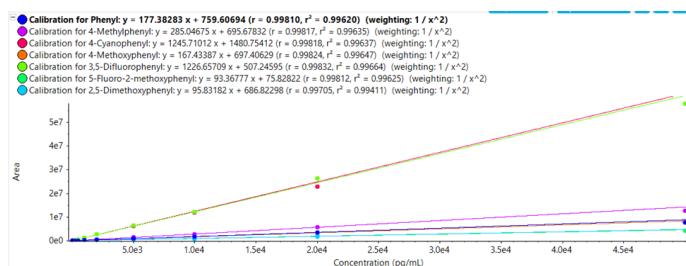


图2. 7种苯硼酸类化合物的标准曲线信息

表3. 7种苯硼酸类化合物的LLOQ及精密度

化合物名称	英文名	LLOQ	RSD for LLOQ
苯硼酸	Phenyl boric acid	2 pg/mL	1.50 %
4-甲基苯硼酸	4-Methylphenyl boric acid	5 pg/mL	2.0 %
4-氰基苯硼酸	4-Cyanophenyl boric acid	0.5 pg/mL	1.10 %
4-甲氧基苯硼酸	4-Methoxyphenyl boric acid	2 pg/mL	2.90 %
3,5-二氟苯硼酸	3,5-Difluorophenyl boric acid	0.5 pg/mL	1.80 %
5-氟-2-甲氧基苯硼酸	5-Fluoro-2-methoxyphenyl boric acid	10 pg/mL	1.90 %
2,5-二甲氧基苯硼酸	2,5-Dimethoxyphenyl boric acid	10 pg/mL	0.43 %

结论

本方法采用纯水和纯乙腈作为流动相，通过 SCIEX Triple Quad™ 7500系统对7种苯硼酸类化合物进行直接定量。该LC-MS/MS检测方法流动相简单、灵敏度高、特异性好、空白中无干扰。该方法部分化合物定量限 (LLOQ) 可达到0.5 pg/mL，且具有较好的重现性和准确度 (RSD < 3%)。整个方法具有操作简单，可快速分析的优点，具有较高的分析通量，可为苯硼酸类化合物的定量提供参考。

参考文献

1. 徐丹, 褚良银, 苯硼酸及其衍生物在医药与化工领域的应用研究进展。化工进展, 2006, 25(9)。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息, 请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标, 也包括相关的标识、标志的所有权, 归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15021-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](#)