

色谱方法:

色谱柱: Phenomenex Kinetex F5 100 × 3.0mm, 2.6 μm

流动相: A: 水+5mM NH₄FA; B: 甲醇

洗脱方式: 梯度洗脱10min

进样量: 5 μL

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 60°C;

质谱方法:

离子源: ESI电喷雾电离源 扫描方式: POS正模式

气帘气CUR: 30psi 喷雾电压IS: 4000v

源温度Temp: 650°C 雾化气Gas1: 45psi

辅助气GAS2: 55psi 碰撞气CAD: 9psi

定量分析采集方式设置: MRM多反应监测模式

标准品离子对信息请见表1。

表1. MRM质谱离子对参数

Compounds	Q1	Q3	CE
rito 1	721.3	426.1	25
rito 2*	721.3	296.2	26
nir 1	500.2	319.1	24
nir 2*	500.2	110.2	34

备注: *为定量离子对

定量结果

1. 特异性

分别取50 μL的空白人血清, 加入150 μL乙腈:甲醇(1:1)沉淀蛋白后, 作为空白血清溶液; 空白血清中在待测物保留时间处无干扰; 奈玛特韦和利托那韦的LLOQ定量限分别达到31.25pg/mL。图3分别为奈玛特韦和利托那韦的空白人血清和LLOQ 31.25pg/mL。

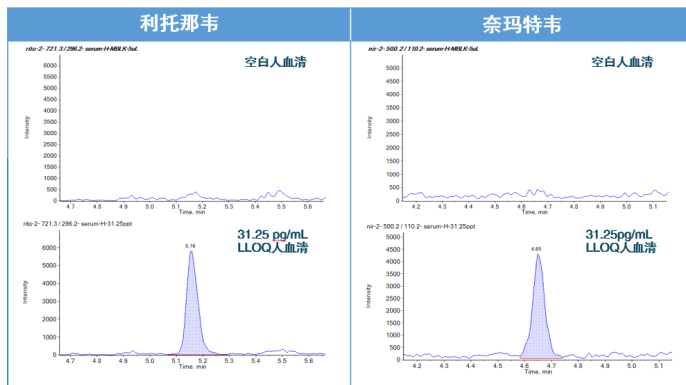


图3. 利托那韦和奈玛特韦的空白人血清和LLOQ 31.25pg/mL的XIC提取离子流图

2. 定量标准曲线

分别取50 μL的空白人血清, 加入150 μL乙腈:甲醇(1:1)沉淀蛋白, 配置奈玛特韦和利托那韦的人血清的标准工作溶液至31.25 pg/mL, 62.50 pg/mL, 125 pg/mL, 250 pg/mL, 500 pg/mL, 1000 pg/mL, 2000 pg/mL, 以峰面积对浓度做标准曲线。图4为奈玛特韦和利托那韦的人血清的线性范围、线性方程和相关系数, 线性回归系数 r^2 均大于0.995, 满足检测要求。

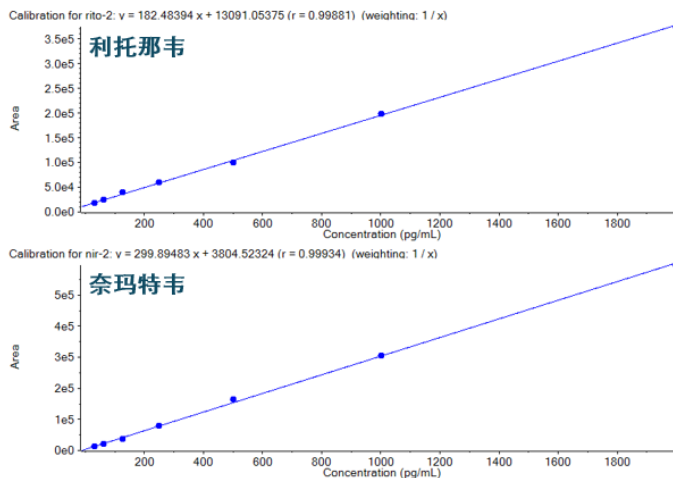


图4. 奈玛特韦和利托那韦的人血清的标准曲线

3. 准确度和重现性

分别取50 μ L的空白人血清，加入150 μ L乙腈:甲醇(1:1)沉淀蛋白，加标溶液平行制备三份，浓度分别在LQC，MQC和HQC作为QC样品，离心取上清液上机。测定结果请见表2和表3。加标样品的准确度均在95-105%，平行样品的RSD% < 5%，准确度和重现性均满足测试要求，测试结果良好。图5和图6分别为奈玛特韦和利托那韦的LLOQ最低定量限31.25 μ g/mL的连续六针进样XIC谱图，RSD分别为1.44%和1.96%，重现性良好。

表2. 利托那韦的准确度和精密度测试结果

质控点	理论浓度 (pg/mL)	实测浓度平均值(pg/mL)	相对标准偏差RSD%	平均准确度 (%)
LQC	62.50	60.69	1.70	97.10
MQC	500	510.85	1.56	102.17
HQC	2000	1911.12	0.75	95.56

表3. 奈玛特韦的准确度和精密度测试结果

质控点	理论浓度 (pg/mL)	实测浓度平均值(pg/mL)	相对标准偏差RSD%	平均准确度 (%)
LQC	62.5	62.20	1.30	99.52
MQC	500	500.92	1.71	100.18
HQC	2000	1986.33	1.98	100.99

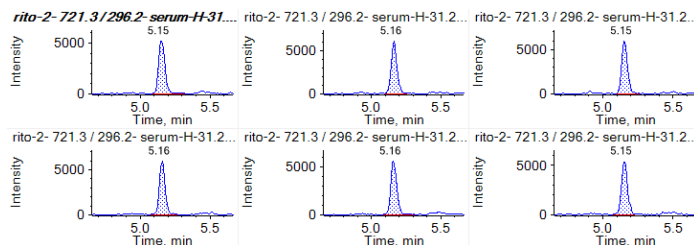


图5. 利托那韦的LLOQ浓度的6个XIC提取离子流图

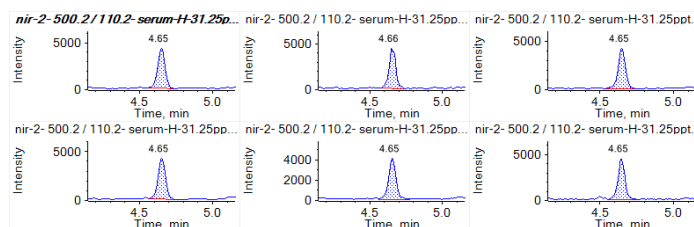


图6. 奈玛特韦的LLOQ浓度的6个XIC提取离子流图

总结

本文使用SCIEX Triple Quad™ 液质系统建立了LC-MS/MS方法测定人血清中帕罗韦德两个主要成份奈玛特韦和利托那韦的浓度含量。结果表明，该方法的特异性好，无干扰；奈玛特韦和利托那韦的血清线性范围分别为31.25 μ g/mL-2000 μ g/mL，在线性范围内线性关系良好，相关系数大于0.995；低、中、高浓度的QC加标准确度以及重现性良好，满足方法学要求。

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。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15473-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](https://www.sciex.com.cn)