

甲硝唑和洛硝哒唑应用代表了另一类实例，主要是化合物很极性(因此难用反相机理保留)，碱性也比较弱(因此中性 pH 条件情形下离子交换机理太弱)。这类实例也较普遍，这类情形下应该在 pH 1 上样(第三套提取方法)。

请见详细的结果：

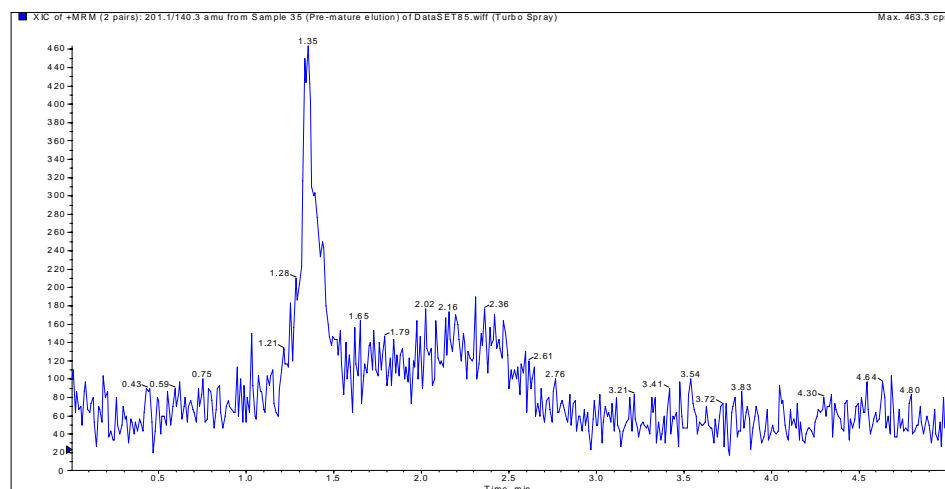
1ug/mL 甲硝唑和 1ug/mL 洛硝哒唑蜂蜜提取液用 0.1M HCl 酸化。将上述溶液转移至 C8+SCX 固相萃取柱(使用前用 2ml 甲醇，0.1M HCl 溶液活化)，待柱内残留液完全流出后，用 2ml 0.1M HCl 溶液淋洗，收集全部流出液检查可能的渗漏(Pre-mature elution sample)。减压抽干，用 2.0mL 甲醇洗脱(酸性和中性化合物被洗脱，methanol fraction)。最后用 2.0mL 甲醇(含 5%氨水)洗脱(碱性和两性酸性化合物被洗脱，洗脱液在 45℃ 以下氮气吹干，用 1.0ml 流动相溶解，使用 API-4000 LC/MS/MS 测定。

甲硝唑 MRM transition: 172.3 → 128.1

洛硝哒唑 MRM transition: 201.1 → 140.3

Positive ESI mode.

LC-MS/MS MRM 图：



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

CHROM  
MATRIX

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)

图 1. 酸化样品与 0.1M HCl 淋洗液中洛硝哒唑 LC-MS/MS 检测

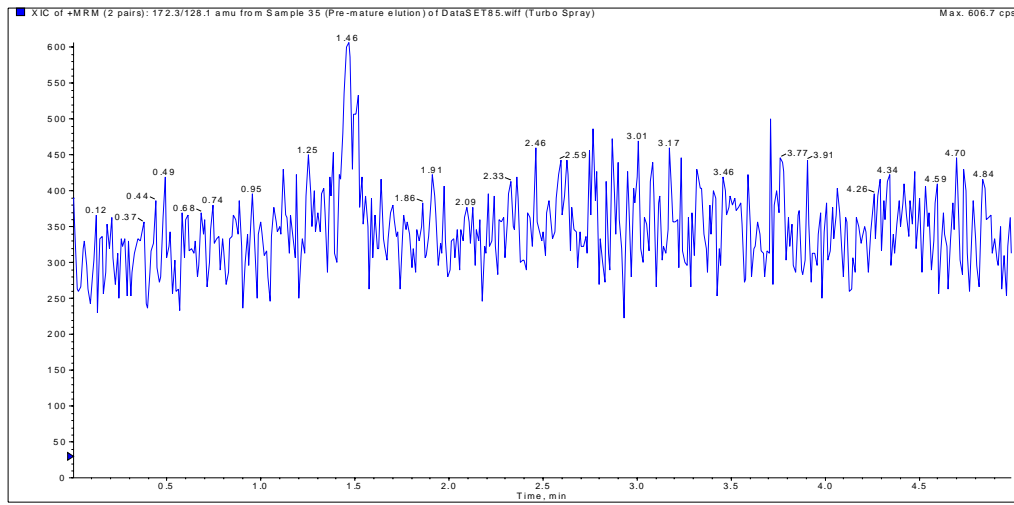


图 2. 酸化样品与 0.1M HCl 淋洗液中甲硝唑 LC-MS/MS 检测

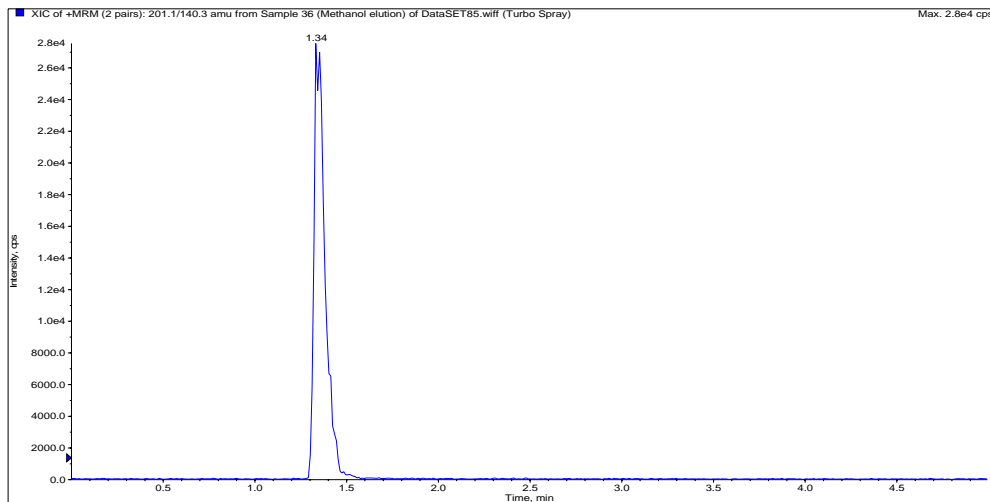


图 3. 甲醇淋洗液吹干后洛硝哒唑 LC-MS/MS 检测



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

**CHROM  
MATRIX**

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)

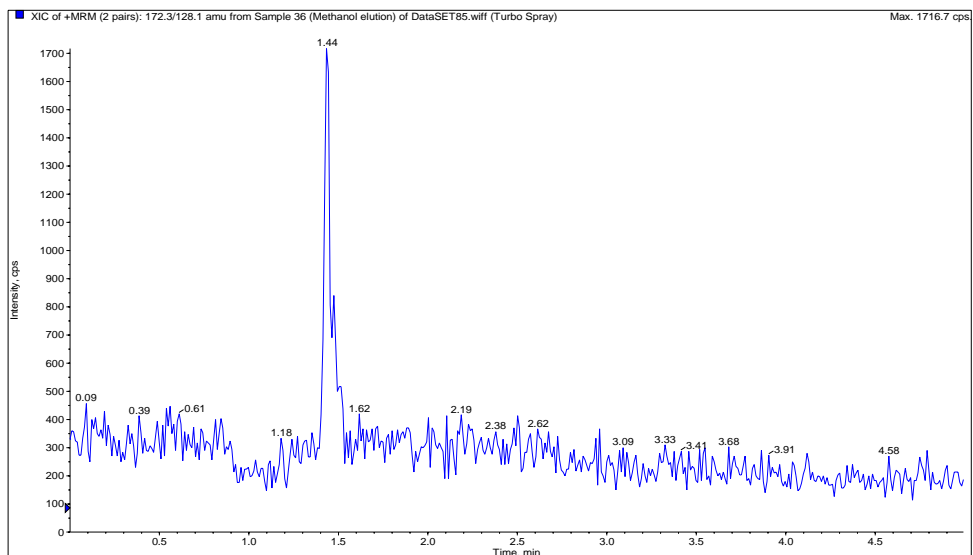


图 4. 甲醇淋洗液吹干后甲硝唑 LC-MS/MS 检测

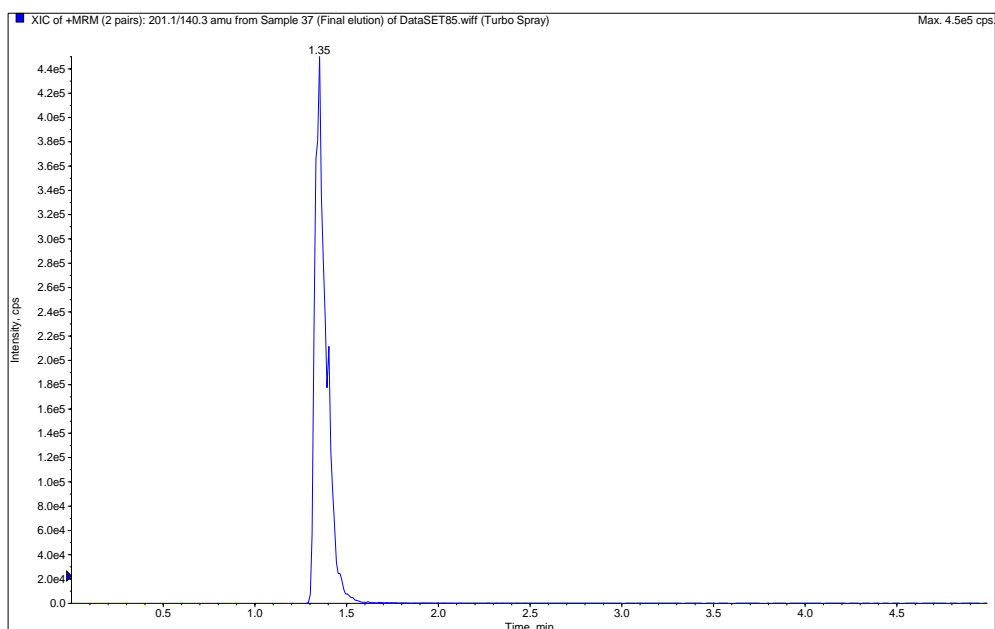


图 5. 最后的甲醇 95%:氨水 5%洗脱液吹干后洛硝哒唑 LC-MS/MS 检测



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

**CHROM  
MATRIX**

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)

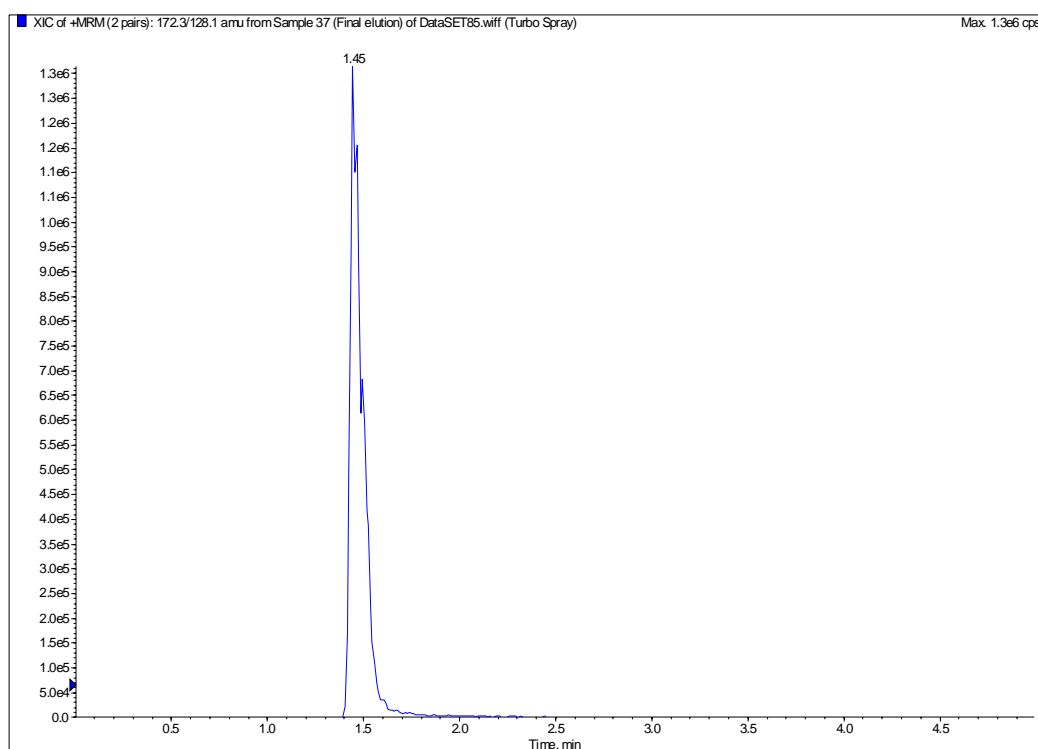


图 6. 最后的甲醇 95%:氨水 5%洗脱液吹干后甲硝唑 LC-MS/MS 检测



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)

回收率数据在下:

洛硝哒唑	Analyte Peak Area (counts)	Analyte Peak Height (cps)	回收率 (%)
Pre-mature elution	2.79E+03	3.80E+02	0
Methanol elution	1.16E+05	2.75E+04	5.76%
Final elution	1.94E+06	4.50E+05	94.20%

甲硝唑	Analyte Peak Area (counts)	Analyte Peak Height (cps)	回收率 (%)
Pre-mature elution	1.72E+03	3.12E+02	0
Methanol elution	4.74E+03	1.48E+03	0.00%
Final elution	5.99E+06	1.31E+06	99.9%

酸化样品与 0.1M HCl 淋洗液仅有非常微量甲硝唑和洛硝哒唑, 说明它们成功地保留在 C<sub>8</sub>+SCX 固相萃取柱上。这是因为酸性 pH 条件下离子交换机理明显增强。C<sub>8</sub>+SCX 固相萃取柱的一个重要优势是用甲醇洗脱酸性和中性化合物杂质, 结果最后的甲醇 95%:氨水 5%洗脱液吹干后背景非常干净。在甲醇洗脱液中有 5.76%洛硝哒唑, 说明床尺寸应该从 300mg/3mL 增加到 500mg/3mL。这样确保 100%回收率。最后的回收率: 洛硝哒唑, 94.2% (CV: 6.4%, n=3); 甲硝唑, 100% (CV: 0.8%, n=3)。



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)

## C<sub>8</sub>+SCX 混合床

键合相分析数据:

---

离子交换容量(每克)	> 3.6 mg 阿特拉津
三烯类三环抗抑郁药物回收率(pH 6 上样)	> 95%
三聚氰胺回收率(pH 3.5 上样)	> 95%
甲硝唑和洛硝哒唑回收率(pH 1 上样, 500mg/3cc)	> 95%

---

Innovation™ C<sub>8</sub>+SCX 固相萃取柱编号:

床体积	重量	编号
1 毫升	50 毫克	330101-U
1 毫升	100 毫克	330102-U
3 毫升	300 毫克	330303-U
3 毫升	500 毫克	330304-U
6 毫升	500 毫克	330605-U
6 毫升	1 克	330606-U
12 毫升	2 克	331207-U
20 毫升	5 克	332008-U



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)

Innovation™ C8+SCX 固相萃取 96-well 盘编号:

每孔吸附剂重量	编号
25 毫克	963301-U
50 毫克	963302-U
100 毫克	963303-U



*Breakthrough Technologies for Better Separations™*

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: [yyang@chrom-matrix.com](mailto:yyang@chrom-matrix.com)