Application News

No.C158

探针电喷雾电离质谱仪

无需前处理，15 秒内即可完成的血清中氰化物的筛选分析

近年来，使用各种有毒有害化学物质的犯罪和中毒事件呈上升趋势，使用的药物种类多样化，已逐渐成为了一个社会问题。在法医学和法医毒理学以及救命救急领域中，病原物质的检索和鉴定已成为一大课题，需要建立快速且高度敏感的分析方法。上述医疗现场对前处理的复杂性，设备操作的难度，分析所需时间等能够变得更简便和迅速的需求越来越高。特别值得指出的是，虽然已有多种分析设备投入到了血液中特定成分的分析中，但绝大多数均需要从血液中提取目标成分等的复杂前处理，迫切需要能够减少步骤和时间的筛选方法。

PESI（Probe Electro Spray Ionization）是一种使用超细的微创探针对样品进行采样，通过向探针尖端施加高电压来使采样目标成分离子化的直接离子化法，无需色谱仪介入便可对样品进行分析（图 1）。

通过使用 PESI 与质谱仪相结合的探针电喷雾离子化质谱仪 DPiMS – 2020，无论是液体还是固体均可快速分析，无需对样品的分析目标成分进行前处理，适用于简单的筛选分析。

在本应用报告中，我们将介绍使用了 DPiMS – 2020 和 In–Source CID 的，无需对血清中氰化物进行前处理的迅速筛选分析法。

T. Murata

无需前处理的分析流程

向血清中添加氰化钾使其终浓度变为 10 μg/ mL，之后加入牛磺酸和萘二甲醛进行了衍生化 [1]。将所得的添加了氰化物衍生物（图 2）的血清作为样品。

常规血清分析需要如图 3 所示的复杂前处理，但在使用 PESI 的分析中，仅需将添加了氰化物衍生物的血清直接或在经水稀释后注入小容量 [10 μL] 样品板中，并设置于设备中即可进行分析。

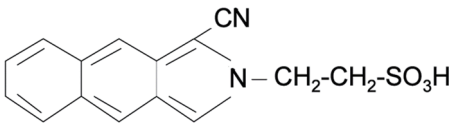

图 2 氰化物衍生物（MW 300）

图 3 无需前处理的分析流程

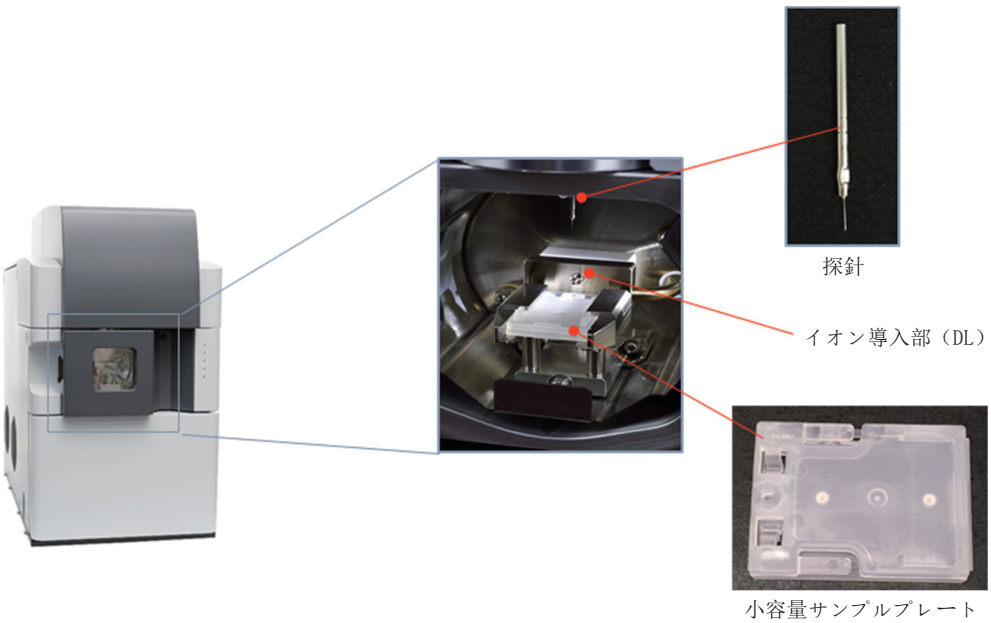

图 1 DPiMS–2020

通过 In-Source CID 分析进行的结构解析

通常会使用三重四极杆质谱仪进行结构分析，但即使使用单四极杆质谱仪，也可通过设置较高的透镜系统电压来获得分子量信息以及分子结构信息。

在使用 PESI 的分析中，探针以恒定周期驱动，通过采样⇔施加高电压来重复离子化操作，由此绘制出独特的质谱图（图 4）。

由此得到的质谱图如图 5 所示。可以通过对 DL bias 和 Q-array bias 施加 -80 V 的电压来获得分子结构信息，使快速和简便地筛选分析血清中氰化物成为可能。

作为参考，通过三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 获取的氰化物衍生物的产物离子（MS/MS）质谱图如图 6 所示。

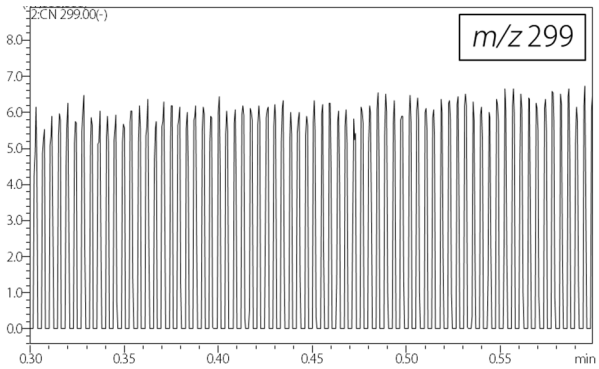

图 4 DPiMS-2020 质量色谱图

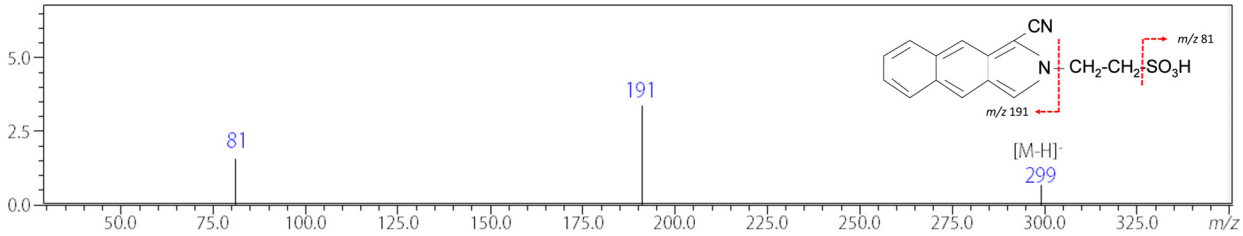

图 5 DPiMS-2020 质谱图

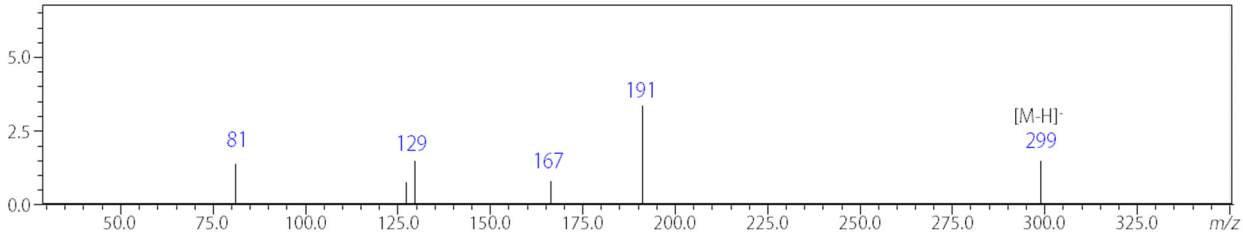

图 6 LCMS-8040 产物离子质谱图（参考）

DPiMS-2020 分析条件

使用 DPiMS-2020 进行分析时，必须对 PESI 探针的测定条件和质谱仪的分析条件进行设定。各自的分析条件如表 1、表 2 所示。

表 1 PESI 测定条件

离子化位置	：-37 mm
离子化停止时间	：100 msec
采样位置	：-46 mm
采样停止时间	：50 msec
探针速度	：250 mm/s
探针加速度	：0.63 G

表 2 质谱仪分析条件

DL 温度	：250 ℃
加热块温度	：35 ℃
离子源电压	：-2.45 kV (ESI – Negative mode)
DL 偏置电压	：-80 V (m/z 299)
Q-array 偏置电压	：80 V (m/z 299)

参考文献
[1] S. Chinaka, N. Takayama, Y. Michigami, and K. Ueda. J. Chromatogr. B. 713:353 – 359 (1998)

谢辞
在此对在数据采集和样品制备过程中给予了我们建议的国立大学法人名古屋大学大学院医学系研究科的财津桂 准教授以及林由美 助教致以诚挚的谢意。

本文中记载的产品尚未作为医疗器械得到医药品医疗器械法的批准和认证。无法用于治疗诊断及相关用途。

岛津 SHIMADZU
岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司
http://www.shimadzu.com.cn
用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:
＊本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
＊本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2017 年 6 月