

GCMS/SPME法分析肺癌病人呼出气中挥发性生物标记物

No.GCMS-016

摘要：肺癌是一种高发恶性肿瘤，在中国，肺癌的发病率为万分之二点六，远高于其它恶性肿瘤的发病率。每年有将近40万人被诊断患有肺癌，在各类肺癌病人中存活期超过5年的仅占15%。对肺癌的早期诊断以便采取及时有效的治疗措施对于延长病人的存活期、提高存活率无疑是极有意义的。查找肺癌病人血液和呼出气中的挥发性生物标记物并用于肺癌筛查是肺癌早期诊断的有效方式之一。国外已有多人作了相关的研究，如美国的Phillips关联了病人呼出气中22种VOCs作为癌症病人的生物标记物，使用该方法成功地诊断了71.7%的癌症患者。

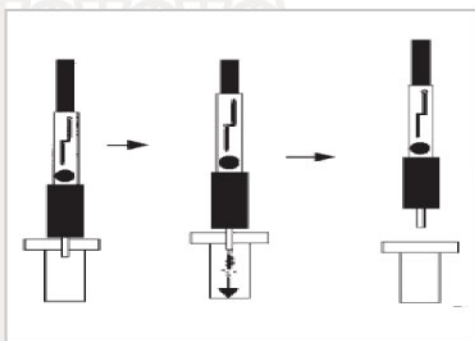
这些生物标记物在呼出气中以纳摩尔至皮摩尔的浓度存在，通常采用GCMS结合一定的样品浓缩富集技术如冷阱捕集和热解析进行分析。近期，有人报道使用SPME法进行浓缩富集后采用GCMS进行测定。SPME是一种简单、快速、灵敏和无溶剂的样品浓缩技术，广泛应用于挥发性有机物的分析。本文采用GCMS/SPME法对癌症病人和正常人的呼出气中的VOCs进行了对比测定。

关键词： GCMS SPME 癌病人呼出气 挥发性生物标记物

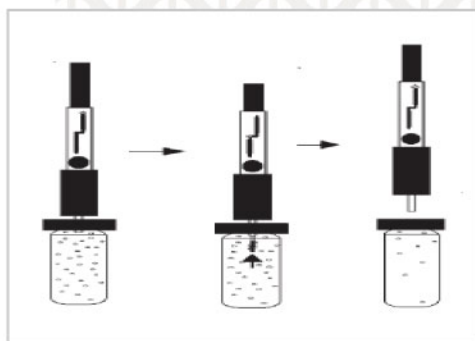
SPME原理

SPME进样针由支架（Holder）和纤维头（Fiber）组成，纤维头是一根涂覆了一定厚度的色谱固定液膜或吸附剂的熔融石英纤维，套于不锈钢针管中并可在针管内伸缩。选择不同种类的固定液/吸附剂纤维头，可以在样品溶液或样品上方空间中选择性吸附目

标化合物，吸附一定时间后将吸附有分析物的SPME纤维头放入GC或GCMS进样口，通过加热将分析物从纤维头上解吸下来随载气进入分析柱进行分离分析。其操作主要分萃取和解吸两步。



样品解吸



样品萃取

仪器和实验条件

仪器：GCMS-QP2010Plus气质联用仪

SPME：Supelco手动SPME装置

纤维头：CAR/PDMS，75 μm

萃取温度：室温

萃取方式：顶空

萃取时间：30 min

解吸时间：0.5 min（250℃）

GCMS条件

色谱柱: Rtx-5ms 30m*0.25mmid*0.25 μ m
 柱温: 35°C(5min)-10°C/min-100°C(0min)
 -20°C/min-260°C(1min)
 柱流量: 1 mL/min
 进样口温度: 250°C
 进样方式: 不分流 (0.5min)

流量控制方式: 恒线速度
 接口温度: 280°C
 离子源温度: 200°C
 质量数范围: 35 ~ 350 m/z
 采集方式: SCAN
 样品: 肺癌病人呼出气和正常人呼出气

■ 实验结果

按上述条件分析所得肺癌病人呼出气的质谱总离子流图如下图所示。

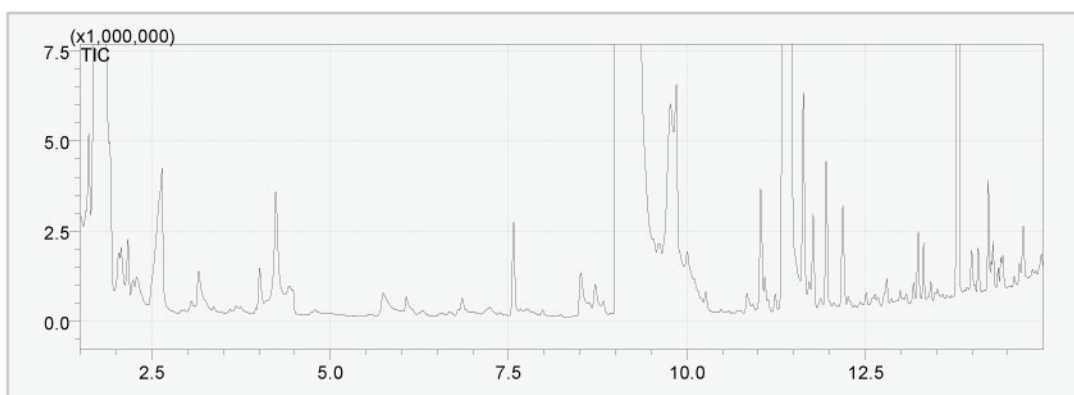


图 1 肺癌病人呼出气的质谱总离子流图

表 1 癌症病人和正常人呼出气中挥发性组分对比表

No.	组分名	保留时间	定量离子	峰面积	
				正常人呼出气	病人呼出气
1	Acetone	1.72	58	6509377	23487158
2	1,4-Pentadiene	1.77	67.1	5948097	8776170
3	Formic acid	2.08	46	178249	896968
4	n-Hexane	2.29	57.1	331091	464265
5	Acetic acid	2.63	60	171428	5061191
6	Benzene	3.06	78.1	216274	759661
7	1-Butanol	3.16	56.1	65522	1905600
8	Methyl allyl sulfide	3.68	88.1	335852	191215
9	Dimethylsilanediol	4.01	77	2339384	3177836
10	Toluene	5.74	91.1	123286	1955611
11	Hexanal	6.84	133.1	12639	185928
12	Ethylbenzene	8.51	91.1	53974	2116079
13	p-Xylene	8.72	91.1	55168	1534040
14	DMA	9.02	44	924949	91276512
15	Camphene	10.59	93.1	28436	31304
16	Phenol	11.40	94.1	29761052	69617453
17	Octanal	11.72	43.1	47429	165758
18	Nonanal	13.24	57.1	42186	407683
19	Decanal	14.41	41	26872	216187