

利用 DPiMS QT 和 LCMS-9030 进行血液中药物的筛查

井本 英志、村田 匡

特点描述

- ◆ 只需简单的预处理，即可完成生物试样中的药物筛查。
- ◆ 无需色谱柱进行分离，在 3 分钟的测定时间内完成定性分析。
- ◆ 通过 iDIA 模式，用比较窄的 m/z 范围，可获得全面的 MS/MS 质谱图。

■ 引言

在法医学和刑事科学调查的药物和毒物分析中，需要一种更简单、更快速的技术来鉴定获得的样品中的有关药物。

本应用报告将介绍使用探针电喷雾电离套件 DPiMSQT 和四极杆飞行时间质谱仪 LCMS-9030 (图 1) 联用系统进行人全血中药物筛查的全新分析方法，DPiMS QT 可以进行直接分析，并最大限度地减少从样品制备到分析所需的时间。通过使用新开发的 iDIA 分析方法，可以全面获取所有电离化合物的 MS/MS 质谱图。



图 1 DPiMS™ QT 和 LCMS™ -9030 的外观图

■ 分析方法

使用 DPiMS QT，探头反复从样品板进行取样，同时在探针尖端施加电压，由此将附着在探针表面的试样电离，直接导入质谱仪。

在人全血中添加 17 种药物，制备人全血加标试样 (500 ng/mL)。使用水 90 μL 稀释人全血加标试样 10 μL 后，与乙醇 100 μL 混合，将离心分离后的上清液 10 μL 滴至样品板上。

DPiMS QT 与 LCMS-9030 联用，使用 iDIA 方法采集数据，筛查人全血加标试样。iDIA 是一种将前体离子范围设为尽可能最小获取 MS/MS 质谱图的方法，本实验以窗口宽度 1Da 获得 MS/MS 质谱图。使用各药物的标准物质，利用 LC-ESI-Q-TOFMS 建立质谱库，搜索通过 DPiMS QT 的 PESI-Q-TOFMS 取得的 MS/MS 质谱图，分析条件如表 1 所示。

表 1 分析条件

质谱系统	: DPiMS QT+LCMS-9030
极性	: +
DL 温度	: 250°C
加热块温度	: 50°C
接口电压	: 3.5 kV
TOF-MS	: m/z 120-770
MS/MS 的前体	: m/z 140-770 (固定窗大小 1 Da)
MS/MS	: 20-780 m/z
碰撞能量斜坡	: 10-50 V
测定时间 (TOF-MS)	: 3 min
测定时间 (MS/MS)	: 每组在 0.1 min 内 (共 30 组)

■ 人全血加标试样的分析

人全血中添加的 17 种药物和各药物的数据库评分结果如表 2 所示。通过简单的预处理，测定时间仅需 3 分钟，即可快速定性，并且获得了非常好的鉴定结果，所有添加药物的数据评分在 84-100 之间。

各药物与质谱库比较的 MS/MS 质谱图如图 2 所示。MS/MS 质谱是在窗口宽度 1Da 下获得的，因此可以减少污染物组分和同位素离子的影响。

表 2 人全血中药物 (500 ng/mL) 的数据库评分

#	化合物	化学式	[M+H] ⁺	库评分
1	7-氨基硝西泮	C ₁₅ H ₁₃ N ₃ O	252.1132	97
2	乌头碱	C ₃₄ H ₄₇ NO ₁₁	646.3222	100
3	布南色林	C ₂₃ H ₃₀ FN ₃	368.2497	95
4	卡马西平	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O	237.1023	84
5	氯噻西泮	C ₁₆ H ₁₅ ClN ₂ OS	319.0667	95
6	秋水仙碱	C ₂₂ H ₂₅ NO ₆	400.1755	100
7	右美沙芬	C ₁₈ H ₂₅ NO	272.2009	100
8	多奈哌齐	C ₂₄ H ₂₉ NO ₃	380.2221	100
9	度硫平	C ₁₉ H ₂₁ NS	296.1468	87
10	艾司西酞普兰	C ₂₀ H ₂₁ FN ₂ O	325.1711	95
11	利多卡因	C ₁₄ H ₂₂ N ₂ O	235.1805	94
12	哌醋甲酯	C ₁₄ H ₁₉ NO ₂	234.1489	97
13	莫沙帕明	C ₂₈ H ₃₅ ClN ₄ O	479.2572	98
14	氟噻嗪	C ₂₁ H ₂₃ N ₃ OS	366.1635	96
15	替马西泮	C ₁₆ H ₁₃ ClN ₂ O ₂	301.0739	99
16	曲唑酮	C ₁₉ H ₂₂ ClN ₃ O	372.1586	96
17	唑吡坦	C ₁₉ H ₂₁ N ₃ O	308.1758	96

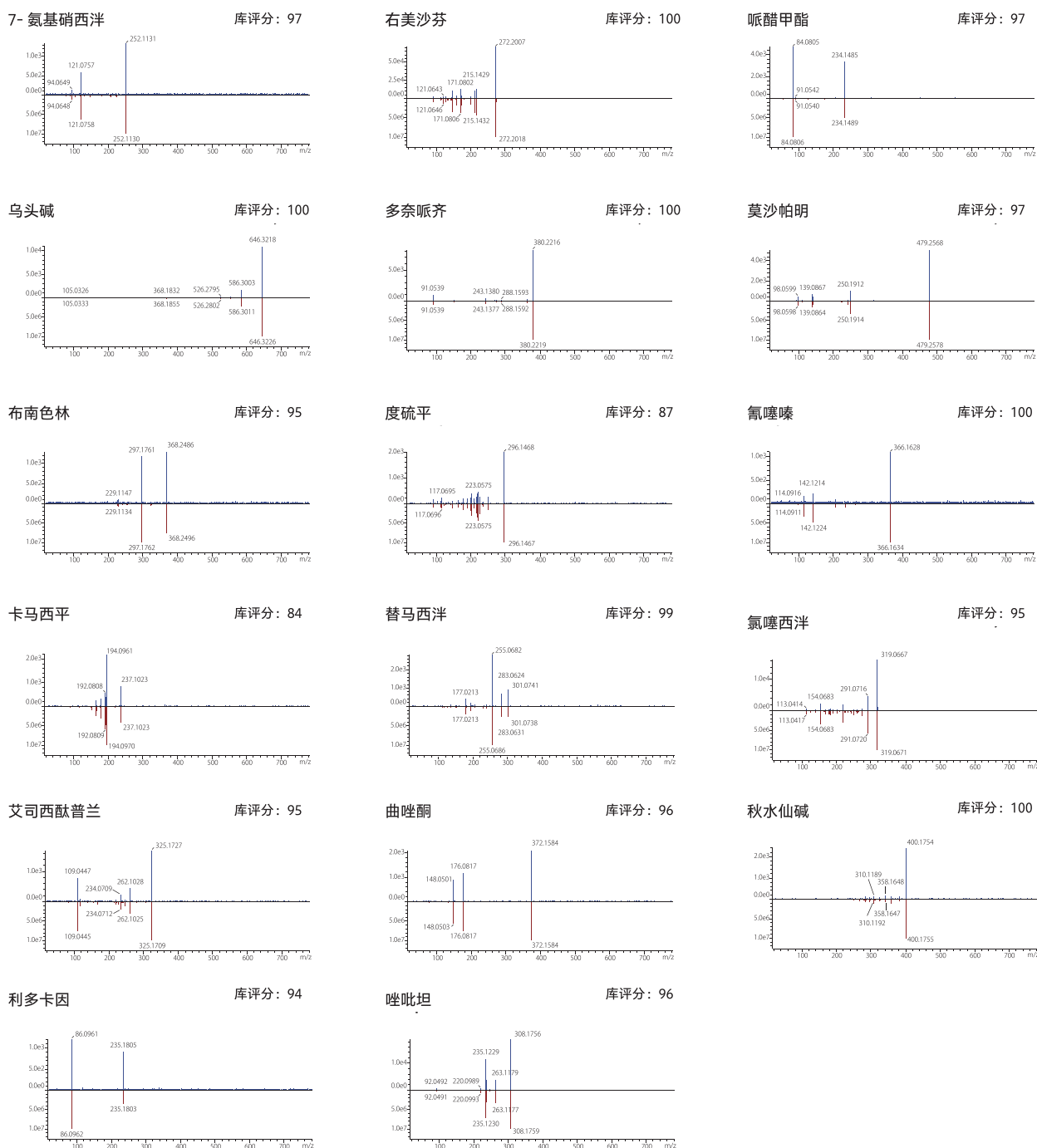


图2 (上) 使用 iDIA 获得的全血中药物 (500 ng/mL) MS/MS 质谱图及数据库评分、
(下) LC-ESI-Q-TOFMS 获得的各药物标准物质 MS/MS 质谱图

■ 结论

开发出通过 DPiMSQT 与 LCMS-9030 联用系统, 全面取得样品中所有已电离组分 MS/MS 质谱图的 iDIA 测量方法。通过对人全血中添加的 17 种药物进行筛查, 数据库评分在 84-100 之间, 结果非常良好。

通过将前体离子的窗口宽度设为 1Da, 获得 MS/MS 质谱图, 可降低生物试样中所含杂质离子和同位素离子的影响。通过简单的预处理, 测定时间仅需 3 分钟, 即可快速且全面地完成生物样本中的药物定性筛查。

岛津应用云



LCMS、DPiMS 是岛津制作所株式会社或其相关公司在日本及其他国家 / 地区的商标。



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: 2021 年 9 月