

SCIEX 液相色谱串联质谱系统同时检测人血浆中3-溴酪氨酸和3-氯酪氨酸

Simultaneous Determination 3-Bromotyrosine and 3-Chloro-L-tyrosine in Human Plasma by SCIEX LC-MSMS

胡凤梅, 黄超, 赵祥龙

Hu Fengmei, Huang Chao, Zhao Xianglong

引言

3-溴酪氨酸 (3-Bromotyrosine, BT) 与3-氯酪氨酸 (3-Chloro-L-tyrosine, CT), 是氧化应激与炎症的关键生物标志物。3-氯酪氨酸由中性粒细胞髓过氧化物酶催化生成, 反映中性粒细胞活化, 与动脉粥样硬化、慢性肾病、结直肠癌等密切相关。3-溴酪氨酸主要由嗜酸性粒细胞过氧化物酶产生, 提示嗜酸性粒细胞介导的组织损伤, 如嗜酸性食管炎、哮喘等。研究结果显示血浆中二者水平在结直肠癌患者中显著高于健康人群, 术后动态变化可评估手术效果与感染风险。

本试验在SCIEX液质系统上, 建立了一种同时测定人血浆中3-溴酪氨酸与3-氯酪氨酸的方法, 该法操作简单, 专一性强, 灵敏度高, 可以满足人血浆中3-溴酪氨酸与3-氯酪氨酸检测的需要。检测化合物相关信息见表1。

实验部分

样品前处理

样品前处理: 采用酸沉淀的方式进行处理, 沉淀剂为三氯乙酸。向1.5 mL离心管里依次加入200 μ L血浆、内标、沉淀剂, 涡旋混匀, 室温下离心5 min即可取上清液进行LC-MS/MS分析。

表1. 待测化合物信息列表

中文名	英文名	缩写	CAS编号	分子式
3-溴酪氨酸	3-Bromotyrosine	BT	54788-30-6	$C_9H_{10}BrNO_3$
3-氯酪氨酸	3-Chloro-L-tyrosine	CT	7423-93-0	$C_9H_{10}ClNO_3$
3-溴酪氨酸- $^{13}C_9, ^{15}N$	3-Bromotyrosine- $^{13}C_9, ^{15}N$	BT-IS	NA	$^{13}C_9H_{10}Br^{15}NO_3$
3-氯酪氨酸- $^{13}C_9, ^{15}N$	3-Chloro-L-tyrosine- $^{13}C_9, ^{15}N$	CT-IS	NA	$^{13}C_9H_{10}Cl^{15}NO_3$

色谱条件

色谱柱: ACQUITY UPLC HSS T3, 1.8 μ m, 100 $\times$ 2.1mm

流动相: A相: 含0.1%FA的水溶液

B相: 含0.1%FA的甲醇

流速: 0.4 mL/min

柱温: 40 C

进样体积: 20 μ L

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表2

表2. 液相梯度洗脱条件

Time(min)	Flow(mL/min)	A(%)	B(%)
0	0.4	90	10
0.5	0.4	90	10
2	0.4	79	21
2.5	0.4	50	50
3.0	0.4	5	95
3.5	0.4	5	95
3.6	0.4	90	10
5.0	0.4	90	10

质谱条件

采用负离子电喷雾离子源（Electrospray Ionization, ESI）和多反应监测（Multiple Reaction Monitoring, MRM）模式进行质谱检测。离子源参数：喷雾针（IonSpray Voltage, IS）正模式电压为5500V，加热气（GS1）和辅助加热气（GS2）分别为50 psi和50psi，离子源温度为550℃；气帘气（Curtain Gas, CUR）为30psi，碰撞气（Collision Gas, CAD）为7。为了获取较好的稳定性和灵敏度，各化合物监测离子对的去簇电压（Declustering Potential, DP）和碰撞电压（Collision Energy, CE），目标物离子对以及内标物监测离子对等参数均经过系统优化，离子对信息见表3。

表3. 待测组分的MRM离子通道参数

Name	ID	Q1	Q3	DP	CE
3-Bromotyrosine	BT-1	216.0	135.3	80	32
	BT-2	216.0	169.9	80	21
3-Chloro-L-tyrosine	CT-1	260.0	135.0	75	35
	CT-2	260.0	214.0	75	22
3-Bromotyrosine- ¹³ C ₉ , ¹⁵ N	BT-IS	226.2	179.2	80	20
3-Chloro-L-tyrosine- ¹³ C ₉ , ¹⁵ N	CT-IS	270.2	223.0	75	21

结果与讨论

本实验使用正离子检测模式同时对3-溴酪氨酸与3-氯酪氨酸进行定量，典型的色谱图如图1。

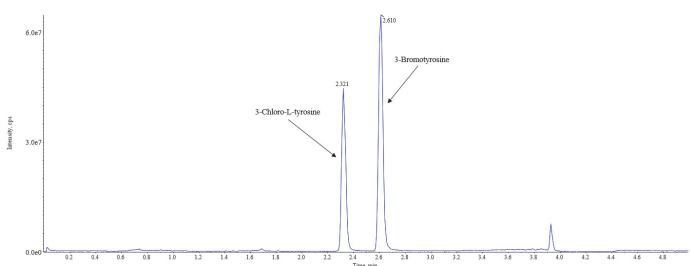


图1. BT和CT的典型色谱图

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。

© 2026 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-38990-A