

应用QTRAP®系统快速检测12种卡因类局部麻醉剂

The QTRAP® system was used for the rapid detection of 12 caine-based anesthetics

陈金梅, 刘冰洁, 郭立海

Chen Jinmei, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

关键词: 卡因类, 麻醉剂, QTRAP®系统, MRM-IDA-EPI

引言

卡因类化合物是临床上常见的一类局部麻醉剂,能在一定程度上抑制动物中枢神经系统功能,具有作用效果快速、成本低、操作方便等特点,被广泛使用。在水产养殖和水产品活体运输过程中,麻醉剂的合理使用可降低养殖动物在采卵、采精、采血、运输等操作过程中的应激反应,减少对其伤害,提高存活率,为渔业带来诸多便利。卡因类麻醉剂是目前应用最为广泛的渔用麻醉剂,具有麻醉效果好、操作方便、可迅速麻醉和复苏等优点,但其安全性存在争议。也有报道称壮阳类的外用成人用品中,不法商家会在其中添加卡因类局部麻醉剂,但消费者在不知情的情况下使用,可能会产生较高的血药浓度,会导致癫痫发作及昏迷等不良反应。SCIEX基于QTRAP®系统建立12种卡因类化合物的快速检测方法,为卡因类化合物的监测提供快速高效的技术支持。

本方法具有以下特点:

- 1、本方法灵敏度高,12种化合物的检测灵敏度均达到ng/mL级别,满足检测需求。
- 2、本方法分析时间为10分钟,大大提高检测效率。
- 3、QTRAP®系统的MRM-IDA-EPI扫描模式,实现一针进样同时定量和定性分析,减少假阴性和假阳性结果
- 4、Analyst®软件和SCIEX OS软件均可以对MRM-IDA-EPI数据进行批量处理,软件自动匹配标准品谱库,给出打分,保证结果准确性

实验方法

1. 液相条件

液相: SCIEX Exion LC™系统

色谱柱: C18 (2.1 × 100 mm, 1.7μm)

流动相: A相为5mM乙酸铵水, B相为甲醇

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40 °C

梯度洗脱条件见表1

表1. 流动相洗脱程序

时间 (min)	A %	B %
0	90	10
1	90	10
5	15	85
7	15	85
7.1	90	10
10	90	10

2. 质谱条件

离子源: ESI源

扫描模式: 正离子模式, MRM-IDA-EPI

离子源参数:

IS电压: 5500 V

气帘气: 25 psi

雾化气GS1: 50 psi

辅助加热气GS2: 55 psi

源温度TEM: 550 °C

碰撞气CAD: 12

EPI模式参数:

质荷比扫描范围为: 50-350 DP: 100 V CE ± CES: 35 ± 15 V

表2. 12种卡因类化合物的质谱参数

化合物名称	母离子	子离子	去簇电压 DP, V	碰撞能量 CE, v
普鲁卡因胺	236.2	163.1	80	24
	236.2	120.4	80	42
普鲁卡因	237.2	100.2	80	22
	237.2	120	80	39
氯普鲁卡因	271	154	85	38
	271	100	85	23
利多卡因	235.1	86	71	24
	235.1	58	71	50
丙胺卡因	221	86	85	19
	221	136	85	25
苯佐卡因	166.1	138.1	75	18
	166.1	120	75	27
罗哌卡因	275.3	126.2	110	28
	275.3	84.2	110	57
丁吡卡因	289	140	125	29
	289	98	125	51
奥布卡因	309	192	100	26
	309	100	100	24
丁卡因	265.2	176.2	90	24
	265.2	220.4	90	24
地布卡因	344	271	140	31
	344	215	140	43
普莫卡因	294	128	130	31
	294	100	130	40

3. 实验结果

3.1 12种卡因类化合物的典型色谱图(见图1)

3.2 标准曲线

12种化合物线性关系良好, 线性相关系数R²均在0.996以上, 见图2。

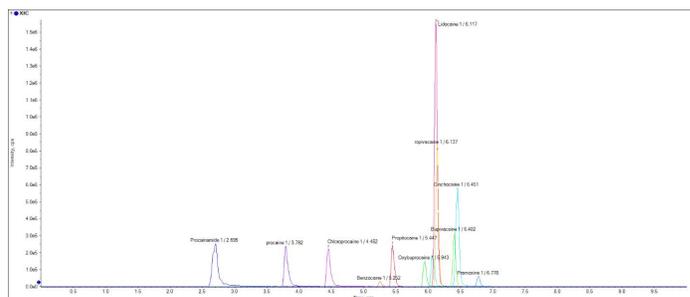


图1. 12种卡因类化合物的典型色谱图

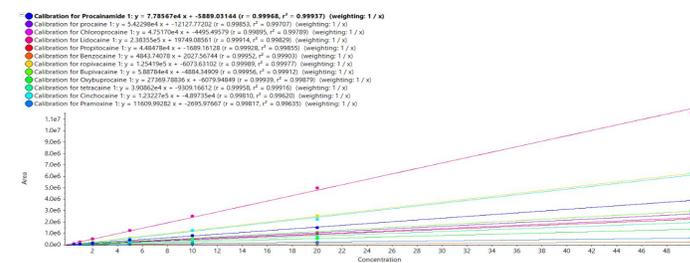


图2. 12种卡因类化合物的标准曲线

3.3 定性实验数据处理

SCIEX QTRAP®系统的MRM-IDA-EPI扫描模式, 可以在得到MRM数据用于定量分析的同时, 得到EPI数据用于定性分析。由于离子阱的扫描速度较快, 可以在不损失灵敏度, 保证色谱峰定量点数足够的情况下, 得到定性二级质谱图。离子阱质量分析器具有阱集功能, 富集时间可以动态填充也可以固定时间, 可以根据需要去选择得到高质量的谱图。EPI模式利用碰撞池的多能量碎裂功能, 可以同时得到低、中、高三个不同能量复合典型的丰富的二级质谱图, 满足不同结构化合物的定性需求, 更好的用于定性分析确证, 如图3所示, 使用CE ± CES得到的二级谱图比单一能量的典型碎片更多, 也可涵盖母离子信息。可以将使用CE ± CES建立标准品谱图加入数据库。

3.3.1 Analyst®软件的数据处理流程

可以使用报告模板, 批量处理MRM-IDA-EPI数据处理, 软件可以自动检索数据库, 给出打分, 需注意的是数据采集时要将MRM-IDA-EPI单独保存到一个data file里面。按照Quantitation Wizard指引, 得到结果表, 保存, 点击打印报告, 选择软件自带Library Search模板(图4), 选择输出文件格式, 点击Create Report, 即得到定性结果(图5)。

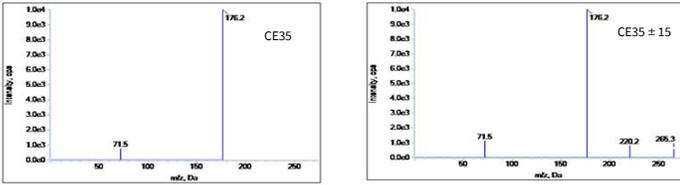


图3. 丁卡因的二级质谱图，上图为固定能量CE35V的二级质谱图，下图为复合能量CE35 ± 15V的二级质谱图

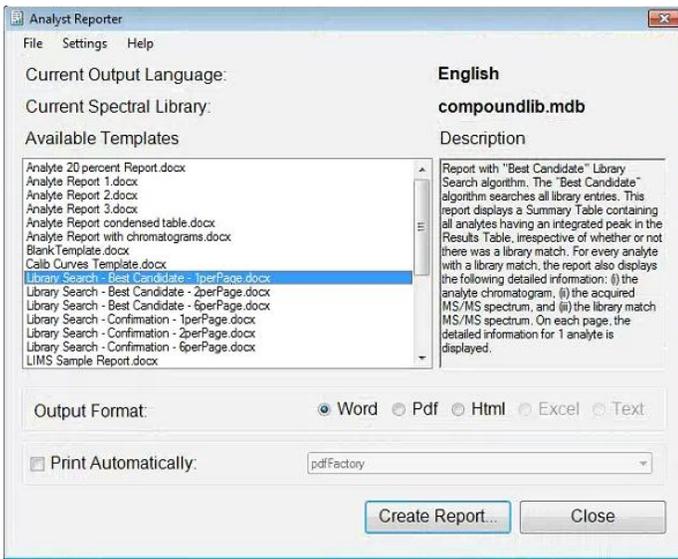


图4. 报告模板选择界面

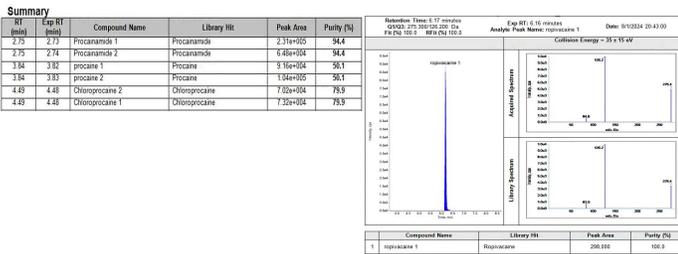


图5. 报告显示内容界面

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. 或在美利坚/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-32656-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017
官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)

3.3.2 SCIEX OS-Q、SCIEX QS软件的数据处理流程

使用Analytics模块进行数据处理，选择结果，新建，选择数据，选择Quantitation and targeted identification流程，按照workflow进行即可得到定量定性结果（图6）。得到定量定性结果表，结果表可以根据需求显示定量所需信息，标准曲线和积分参数，定性结果可以镜像显示二级质谱图，蓝色的为样本二级质谱图，灰色为标准品二级质谱图，同时软件会对匹配结果进行打分，有正匹配得分、反匹配得分和综合得分，帮助更加准确性。处理后的结果表可保存，点击打印报告，选择报告，选择输出文件格式，浏览报告保持位置，点击Create，即可得到报告。

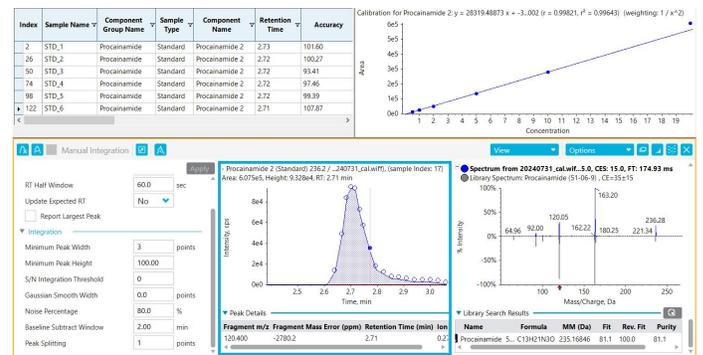


图6 定量定性结果界面

总结

本文采用SCIEX QTRAP®系统建立了12种卡因类局部麻醉剂的LC-MS/MS方法，MRM-IDA-EPI方法快速简便，灵敏度满足日常检测限量需求。可建立标准品谱库，EPI数据可用于日常快速定性筛查确证，使得一针进样同时完成定量定性工作成为可能。

参考文献

- [1] 食品补充检验方法BJS202110