

LightSight®软件结合QTRAP®质谱系统在土壤中氨基甲酸酯类农药代谢物鉴定的应用

Identification of Carbamate Pesticide Metabolites in Soil with LightSight® Software Combined with QTRAP System

于洁, 李立军, 郭立海
Yu Jie, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX中国应用支持中心, 上海
SCIEX China, Shanghai

Key Words: LightSight®; QTRAP; Soils; Carbamate pesticides metabolites

引言

氨基甲酸酯农药是在农业生产上广泛使用的一种农药, 这些药物在进入土壤后, 在土壤微生物、外界环境的作用下, 可发生相应的氧化, 降解过程进而形成其相应的代谢产物; 研究这些药物在土壤中的变化情况, 对于研究药物的降解、药效过程具有至关重要的作用。

SCIEX QTRAP® 质谱系统独特的复合扫描模式, 可以在一针进样的同时获得MRM色谱峰和增强型二级碎片, MRM离子通道色谱峰定量, EPI扫描模式保证了低浓度化合物也能够获得高质量的二级图谱, 从而能够简便、快速的完成样品中不同浓度化合物的结构鉴定工作。

SCIEX专门的LightSight® 软件是与QTRAP系列质谱结合使用的一款专业完成代谢产物鉴定工作的软件, 软件涵盖了国内外权威文献的代谢物转化类型, 包含近百种体内/体外生物转化列表; 可根据母药相关信息, 同时建立多种IDA采集方法(最多可建立8个), 各种方法相互补充以采集到最全面的代谢产物图谱信息。软件可通过样品与空白比对, 针对不对采集方法设定数据处理参数和选择生物转化类型, 简便快速的完成数据处理工作: 具有直观的代谢产物列表、XIC图谱、母药和代谢产物的MSMS图谱及其比对信息, 因此可以快速的预测和查找代谢产物。

因此本实验使用SCIEX QTRAP 质谱系统结合Light Sight软件完成

了对涕灭威、灭多威、和乙硫苯威三种药物在土壤中的代谢产物鉴定工作。工作流程如下:

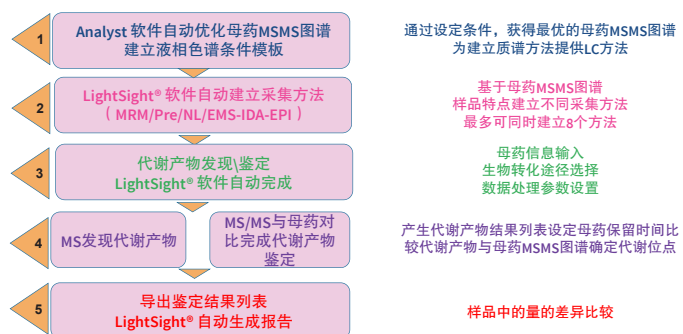


图1. QTRAP 质谱结合LightSight®软件代谢物鉴定流程。

仪器设备

SCIEX ExionLC™液相系统 + QTRAP® 质谱系统



样品前处理

样品前处理方法如下:

按照HJ/T 166的相关要求采集和保存土壤样品, 土壤样品添加氨基甲酸酯类农药, 在室外暴露放置1个月, 然后按照如下样品前处理操作检测:



图2. QuEChERS 土壤样品前处理过程。

实验方法

1. 液相条件:

色谱柱: Phenomenex Kinetex F5, 2.6 μm , 3.0 mm \times 100 mm;

流动相: A相: 0.1% 甲酸 +5 mM 乙酸铵水溶液

B相: 乙腈

流速: 0.45 mL/min

色谱柱温度: 40 $^{\circ}\text{C}$

进样量: 2 μL

洗脱程序:

Time(min)	A (%)	B (%)
0.00	95	5
2	95	5
6	5	95
8	5	95
8.1	95	5
10	95	5

2. 质谱方法:

离子源: ESI源, 正离子模式

气帘气 CUR: 35 psi 碰撞气 CAD: Medium

离子化电压: 5500 V 离子源温度 TEM: 550 $^{\circ}\text{C}$

雾化气GS1: 55 psi 辅助雾化气GS2: 55psi

扫描方式: pMRM-IDA-EPI目标性查找可预测代谢产物

动态背景扣除: DBS开启

选择生物转换列表, 结合原型, 自动生成MRM列表

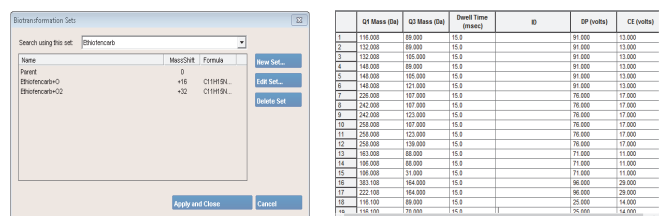


图3. LightSight®软件可自动生成MRM列表。

实验结果

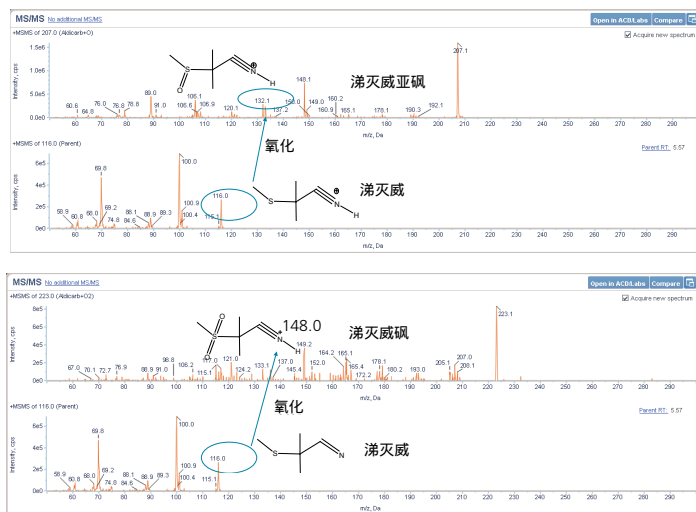
鉴定到的代谢物结果如下:

Peak ID	Biotransformation	Mass Shift	Expected m/z	Q1 / Q3	R.T. (min)
	Aldicarb	0	116.1	116.1 / 89.0	5.57
M1	Aldicarb_Oxidation	16	207	207.0 / 89	4.32
M2	Aldicarb_Di_Oxidation	32	223	223.0 / 148	4.7

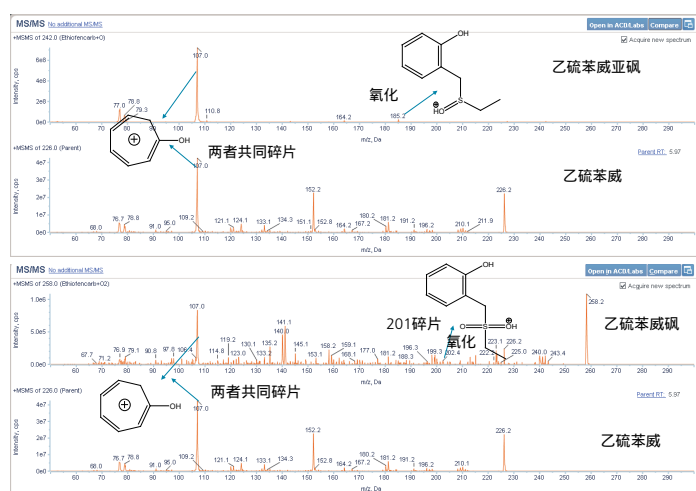
Peak ID	Biotransformation	Mass Shift	Expected m/z	Q1 / Q3	R.T. (min)
	Methomyl	0	163	163.0 / 88	4.53
M1	Loss of C2H3NO	-18	106	106.0 / 88	4.53

Peak ID	Biotransformation	Mass Shift	Expected m/z	Q1 / Q3	R.T. (min)
	Ethiofencarb	0	225.9	225.9 / 107.2	5.97
M1	Ethiofencarb_Oxidation	16	242	242.0 / 107.0	4.9
M2	Ethiofencarb_Di_Oxidation	32	372.2	258.0 / 123.0	5.14

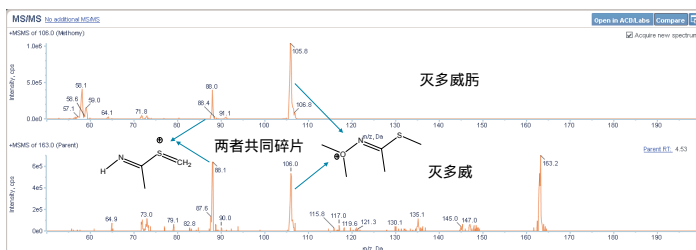
涕灭威代谢物谱图解析:



乙硫苯威碎片解析:



灭多威碎片解析:



总结

本次实验使用SCIEX 专业的代谢物鉴定软件LightSight®的pMRM 工作模式结合SCIEX QTRAP®质谱独特的EPI模式共发现了土壤中5个氨基甲酸酯农药的代谢物, 主要代谢类型有氧化和降解。

pMRM-IDA-EPI作为预扫描模式发现代谢产物, 能够查找更全面, 更有利于低浓度代谢产物检出; LightSight®软件在完成代谢物鉴定工作方面有其特有的优势, 可自动生成采集方法, 还可以通过样品与空白比对发现代谢产物并完成鉴定, 使得代谢物鉴定工作从方法建立到数据处理简便易行。

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。AB SCIEX™ 商标经许可使用。

© 2019 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-10663-ZH-A



SCIEX中国公司

北京分公司
地址: 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

上海公司及中国区应用支持中心
地址: 上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419 7200
传真: 021-2419 7333

广州分公司
地址: 广州市天河区珠江江西路15号
珠江城1907室
电话: 020-8510 0200
传真: 020-3876 0835

全国免费垂询电话: 800 820 3488, 400 821 3897 网址: sciex.com.cn 官方微信: ABSciex-China