

多杀菌素的液相色谱-质谱分析

杨成对, 宋莉晖, 陈培榕, 邢志, 张新荣

(清华大学化学系, 北京 100084)

Analyzing Spinosad by Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

YANG Cheng-dui, SONG Li-hui, CHEN Pei-rong, XING Zhi, ZHANG Xin-rong
(Chemistry Department, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: The components of spinosad preparation were analyzed by liquid chromatography-mass spectrometry. The results show that the preparation contained spinosad A and spinosad D, their structure was confirmed by multi-mass spectrum.

Key words: liquid chromatography-mass spectrometry; spinosad; analyz

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-77-02

多杀菌素 (spinosad), 又名刺多糖, 是一种微生物代谢产物, 其制剂商品名为菜喜、赐诺杀, 是一种低毒、高效、广谱的杀虫剂。多杀菌素在环境中可降解, 无富集作用, 对植物安全无药害, 适合于无公害蔬菜、水果生产。

多杀菌素是天然生成的抗生素, 属大环内酯类化合物。对其成分分析多采用液相色谱法^[1]。本文采用液相色谱-多级质谱分析多杀菌素制剂, 确认其组成及结构。

1 实验部分

材料: 实验样品为 2.5% 悬浮液 (商品名菜喜, 美国陶氏益农公司生产), 经甲醇提取后, 离心分离出上清液, 用于分析。

仪器: LTQ 型液相色谱-质谱联用仪 (美国 Thermo Electron), 配置电喷雾电离源 (ESI)、四元液相泵、自动进样器。

质谱条件: 正离子采集模式, 采集质量范围为 50~2 000 amu, 五级质谱扫描。

色谱条件: C₁₈ 液相色谱柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 甲醇-水为流动相, 梯度洗脱, 梯度变化为 0 min 50% 甲醇至 20 min 变为 100% 甲醇, 100% 甲醇保持 10 min。进样量 20 μL。

2 结果与讨论

样品的液相色谱-质谱分析结果示于图 1。样品中含有 2 种组分, 保留时间 18.13 min 峰对应的质谱结果为 m/z 732 ($[M+H]^+$)、 m/z 754 ($[M+Na]^+$), 保留时间 18.79 min 峰对应的质谱结果为 m/z 746 ($[M+H]^+$)、 m/z 768 ($[M+Na]^+$)。分别对 m/z 732、 m/z 746 做二级质谱, 发现其难以形成稳定的子离子, 而 m/z 754、 m/z 768 能形成稳定的多级子离子。比较这 2 个加合离子的子离子, 可以发现它们结构相似、

组分 2 比组分 1 多一个甲基。根据分子量和结构特征推断它们分别为多杀菌素 A 和多杀菌素 D。其五级质谱断裂规律证实了这个推断(图 2)。

参考文献：

[1] 聂 果,王广成,张忠强,等. 多杀菌素高效液相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2004, 24(8): 6-8.

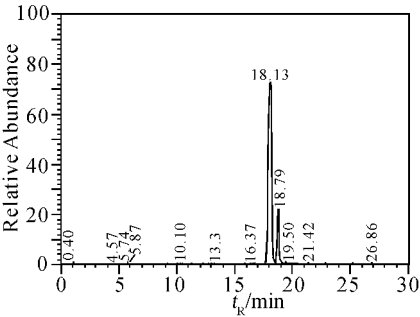


图 1 样品的总离子流色谱图

Fig. 1 Total ion chromatogram of sample

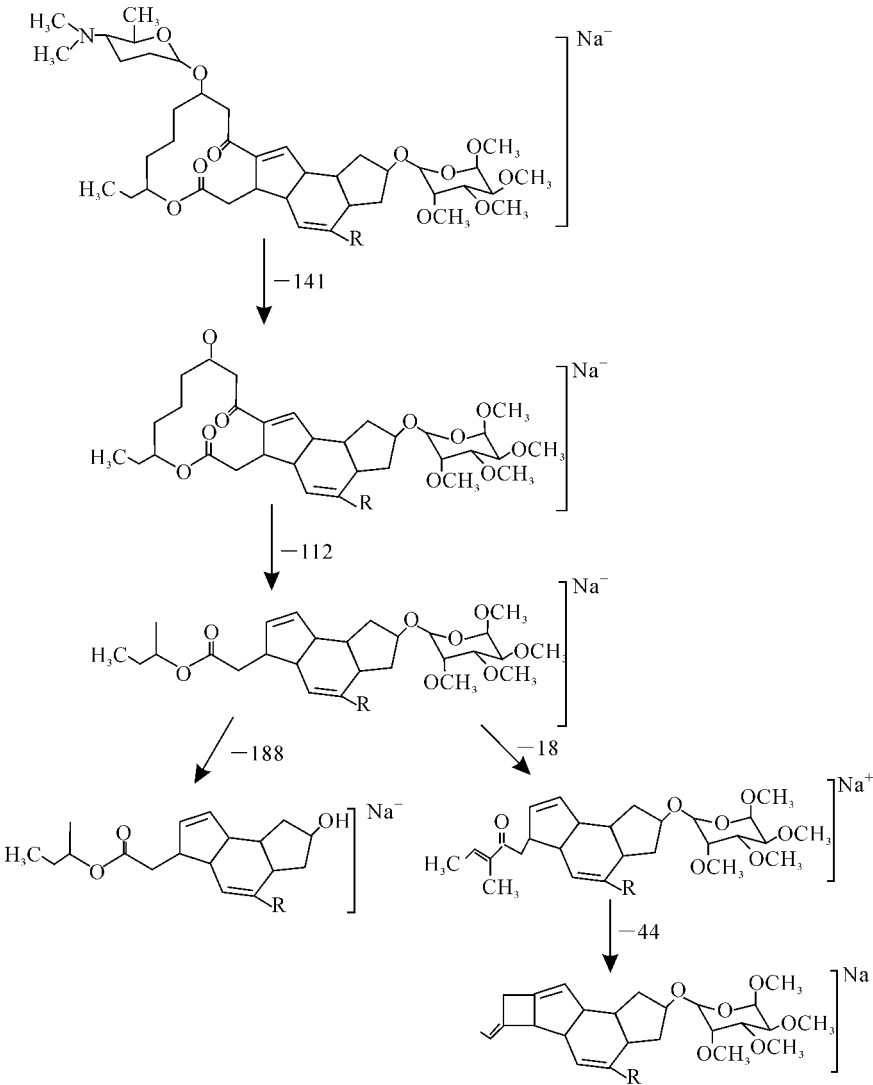


图 2 多杀菌素的质谱断裂

Fig. 2 Mass spectrum fragments of spinosad