利用沃特世 UPC²/Xevo G2-S QTof 系统分析甘油酯样品

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

徐永威
沃特世科技（上海）有限公司

目的

采用沃特世（Waters®） ACQUITY UPC²™/Xevo® G2-S QTof 系统成功开发出天然产物提取甘油酯样品的分析方法，并对其组分进行定性分析。

背景

由天然产物提取获得的甘油酯样品，具有显著的药用价值。由于甘油酯样品极性小、脂溶性强以及样品复杂等特点，采用反相 HPLC 模式进行分析研究工作，存在有机相用量大、分离效果达不到要求，以及与质谱连用效果差等缺点。

本实验采用沃特世公司全新的超高效合相色谱（UltraPerformance Convergence Chromatography™，UPC²®）串联 Xevo G2-S QTof 系统，成功开发出一种快速的分析方法。分析速度快、分离度高，以 CO_2 为主要流动相，大幅度减少有机溶剂的用量，单针分析的成本大大降低，同时采用 Xevo G2-SQTof 采集的精确分子量信息，可方便用于甘油酯的定性分析，为甘油酯样品的研究工作提供了强有力的工具。

实验条件

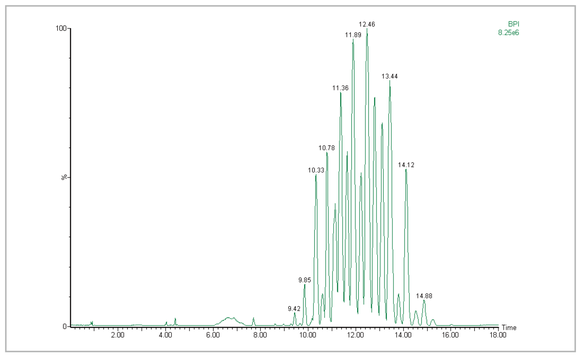
UPC² 实验条件

仪器系统：	ACQUITY UPC² 系统
色谱柱：	UPC² 2-EP 3.0 x150 mm，1.7 µm
柱温：	28 °C
流速：	1.2 mL/min
流动相 A：	CO_2
流动相 B：	ACN/EtOH（50/50）
背压：	1600 psi

Q-Tof 实验条件

离子源：	ESI+
毛细管电压：	2.5 kV
锥孔电压：	50.0 V
离子源温度：	120 °C
脱溶剂气温度：	500 °C
锥孔气流速：	50.0 L/Hr
脱溶剂气流速：	900.0 L/Hr

超高效合相色谱技术，主要以 CO_2 为流动相，可以便捷的联用质谱检测器，对于小极性化合物，如甘油酯样品的分析，提供很好的保留、分离以及定性、定量检测，分析效率高、成本低。

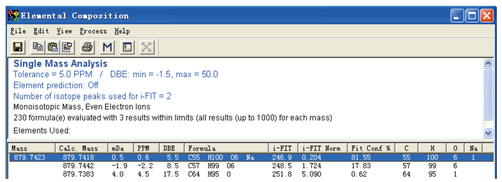


采用UPC²-Xevo G2-S QTOF进行甘油酯样品分析色谱图

结果讨论

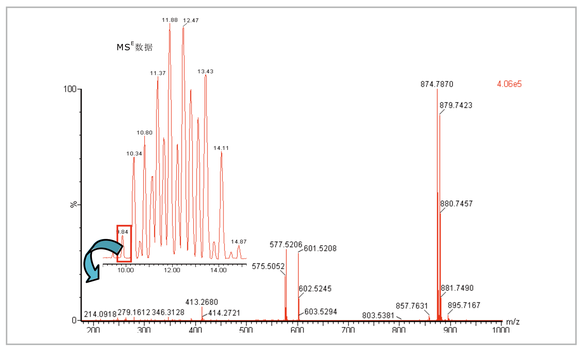
如上图所示，是采用 UPC²/Xevo G2-S QTof 系统对甘油酯样品进行分析的总离子流色谱图，在 18 min 的时间内甘油酯样品得到良好的分离，多组甘油酯同分异构体获得良好分离。选择其中的一个化合物峰（$[M+Na]^+$，879.7423，t_R=9.85 min）为例，进行定性分析。

首先根据 Q-Tof 测得的一级精确分子量，进行元素组成分析，结果如下，其中蓝色突显的为该甘油三酯 +Na 的元素组成，则该甘油三酯的元素组成为 $C_{55}H_{100}O_6$；



采用Elemental Composition工具进行化合物元素组成分析结果

然后根据 MS^E 采集的二级 MS 数据，可获取 879.7423 的二级子离子，下图所示，分别为：575.5056，577.5208，601.5209



再次根据 Q-Tof 测得的二级碎片的精确分子量，进行元素组成分析，三个不同的二级碎片（575.5052，577.5206，601.5208）分别对应如下元素组成：

Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT Norm	Fit Conf %	C	H	O
601.5208	601.5196	1.2	2.0	5.5	C39 H69 O4	211.5	n/a	n/a	39	69	4

Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT Norm	Fit Conf %	C	H	O
577.5206	577.5196	1.0	1.7	3.5	C37 H69 O4	196.3	n/a	n/a	37	69	4

Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT Norm	Fit Conf %	C	H	O
601.5208	601.5196	1.2	2.0	5.5	C39 H69 O4	211.5	n/a	n/a	39	69	4

由甘油三酯的元素组成分别减去三个碎片的元素组成，即可得到丢失的片断的元素组成，分别为：$C_{16}H_{32}O_2$、$C_{18}H_{34}O_2$、$C_{18}H_{32}O_2$，即为构成甘油三酯的三个脂肪酸。

由此推出该化合物为（C_{16}:0，C_{18}:1，C_{18}:2）- 甘油三酯。

实验小结

采用沃特世 UPC²/Xevo G2-S QTof 系统成功开发出天然产物提取甘油酯样品的分析、定性方法。该方法具有分离效率高、绿色环保、数据解析简捷方便等突出优势，为甘油酯样品的分析研究工作提供了快捷、可靠的解决方案。

如需下载此海报，请访问*WWW.WATERS.COM/POSTERS*

©2013 Waters Corporation