

Химическая структура B-TRAXIM 2C в водном растворе

Ключевые слова

B-TRAXIM 2C в водном растворе

- Всегда был хелатирован глицином, связанным с атомом металла
- Представлен как $[M(\text{Gly})(\text{SO}_4)]_x(\text{H}_2\text{O})_n$
- Имеет как минимум две различные химические формы

Введение и цель

B-TRAXIM 2C - это кристаллические хелаты глицина, которые более биодоступны, чем сульфаты металлов.

Определение химической структуры B-TRAXIM 2C является отправной точкой для отслеживания этих соединений в пищеварительной системе, в тканях и в крови. Другими словами, это позволяет определить, где и как хелаты поглощаются и используются животным, и в какой форме они существуют до и после поглощения.

Материалы и методы

Исследование проводилось в лаборатории био-неорганической и экологической аналитической химии CNRS в По (Франция). Исследование проводилось с помощью масс-спектрометрии высокого разрешения.

Аппарат:

Электрораспылительный QqTOF масс-спектрометр (ESI-QqTOF MS) QSTAR XL от Applied Biosystems (рис. 1)

Рисунок 1: ESI-QqTOF MS



Реагенты и растворители:

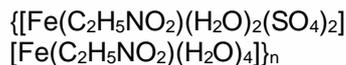
Все реагенты и растворители были аналитического класса

Образцы:

- B-Traxim 2C Zn
 $[\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2)(\text{H}_2\text{O})_2(\text{SO}_4)]_n$
- B-Traxim 2C Cu
 $[\text{Cu}(\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2)(\text{H}_2\text{O})_2(\text{SO}_4)]_n$
- B-Traxim 2C Mn
 $[\text{Mn}(\text{SO}_4)(\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2)]_n$
- B-Traxim 2C Fe

По нормативным причинам также необходимо иметь метод для отслеживания B-TRAXIM 2C в премиксах и кормах. Поскольку на сегодняшний день не существует такого метода, необходимо разработать и проверить новые аналитические методы для отслеживания B-TRAXIM 2C во всех этих матрицах.

Поэтому первым шагом является определение химической структуры B-TRAXIM 2C в воде.



Метод анализа

Каждый образец растворяли при 100 мг/л в водном растворе при pH 7,4 с ацетатным буфером аммония. Затем раствор вводили в масс-спектрометр.

Точность масс-спектрометра была откалибрована с помощью стандарта резерпина ($\text{C}_{33}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_6$): $[\text{M}+\text{H}]^+$ 609.28121 аму (атомная массовая единица).

Оптимальными настройками были:

- Напряжение ионного распыления: 4850V
- Газовая завеса: 25V
- GS1: 17V
- GS2: 0V
- Газ для соударений: 15-30eV с N_2 зависит от состава.

Масс-спектры регистрировались в диапазоне m/z 70-2000 а.м.е.

Сначала регистрировался полный масс-спектр для идентификации фрагментов, которые могут содержать атом металла. Затем наиболее интересные ионы были фрагментированы (MS/MS) для определения их химической структуры.

Окисление Fe(II) в Fe(III) сопровождается выпадением осадка $\text{Fe}(\text{OH})_3$, что делает невозможным определение характеристик глицинатных комплексов Fe. Для предотвращения этого все растворы с B-Traxim 2C Fe были дегазированы продувкой азотом непосредственно перед анализом. N_2 вдували в раствор со скоростью 1 мин на мл раствора. Твердый стандарт B-Traxim 2C Fe растворяли в дегазированном растворе непосредственно перед анализом.

Результаты и выводы

В-TRAXIM 2C Zn в растворе

Присутствие цинка в масс-спектре В-TRAXIM 2C Zn было заподозрено в 2 частях спектра, первая около 250а.м.е. (рис. 1) и вторая около 475а.м.е. (рис. 2). Окно в правом верхнем углу рисунков иллюстрирует теоретический масс-спектр, соответствующий предполагаемой формуле.

Рисунок 1: Масс-спектр В-TRAXIM 2C Zn 250-260 а.м.е.

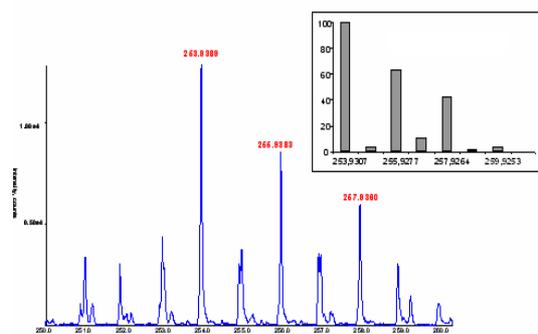
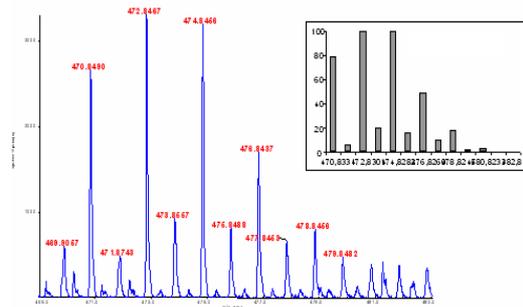


Рисунок 2: Масс-спектр В-TRAXIM 2C Zn 469-483 а.м.е.

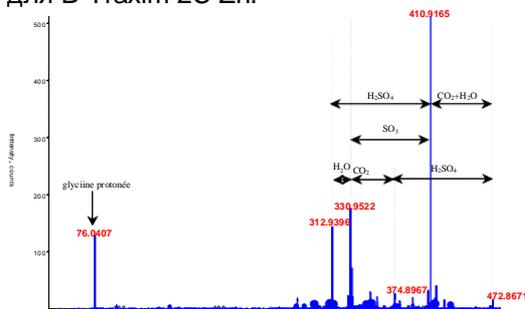


Эти 2 спектра соответствовали комплексам с формулой $Zn(C_2H_5NO_2)(H_2O)(SO_4)$ и $[Zn(C_2H_5NO_2)(SO_4)]_2$ соответственно (таблица 1). Ионы при 254 и 473 а.м.е. были рефракционированы для проверки этих структур (рис. 3).

Спектр MS/MS позволил идентифицировать глицин, при этом были зарегистрированы потери фрагментов сульфата, CO_2 и H_2O ,

подтверждая, что наблюдаемый масс-спектр обусловлен присутствием двух цинк-глициновых комплексов.

Рисунок 3: MS/MS спектр иона 473а.м.е. для В-Traxim 2C Zn.



Другие В-TRAXIM 2C в растворе

Такая же операция с В-TRAXIM 2C Fe, Cu и Mn привела к идентификации 2 различных глициновых комплексов железа, 3 глициновых комплексов меди и 4 глициновых комплексов марганца (рисунок 4, таблица 1).

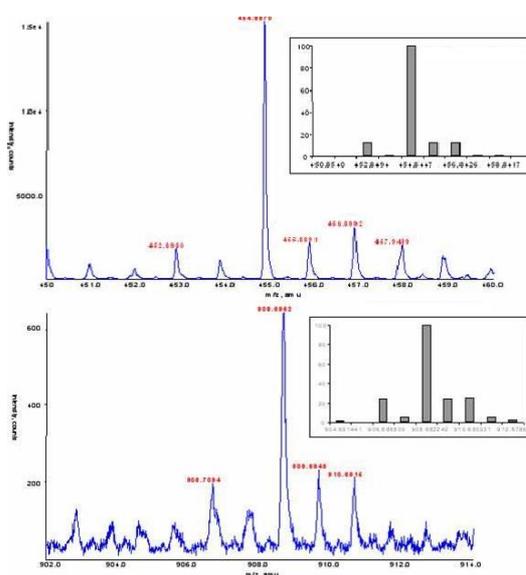


Таблица 1: Химическая структура комплексов В-TRAXIM 2C в водном растворе

	В-TRAXIM 2C Zn	В-TRAXIM 2C Cu	В-TRAXIM 2C Fe	В-TRAXIM 2C Mn
1	$Zn(Gly)(H_2O)(SO_4)$	$Cu(Gly)(H_2O)(SO_4)$	$[Fe(Gly)(SO_4)_2][Fe(Gly)]$	$Mn(Gly)(SO_4)$
2	$[Zn(Gly)(SO_4)]_2$	$[Cu(Gly)(SO_4)]_2(H_2O)$	$\{[Fe(Gly)(SO_4)_2][Fe(Gly)]\}_2$	$[Mn(Gly)(SO_4)]_2$
3		$[Cu(Gly)(SO_4)]_3$		$[Mn(Gly)(SO_4)]_3$
4				$[Mn(Gly)(SO_4)]_4$

Для всех В-Traxim 2C глициновые комплексы были обнаружены в водном растворе. За исключением В-Traxim Mn, который был полностью безводным, комплексы, идентифицированные в твердом состоянии, не были обнаружены в водном растворе. Для Zn, Fe и Cu восстановленные комплексы соответствовали частично или полностью дегидратированным комплексам.

Это можно объяснить либо фрагментацией в источнике ионизации, где вода очень быстро фрагментируется, либо перестройкой комплекса в растворе.

В-Traxim 2C в водном растворе всегда обнаруживались как глициновые комплексы, глицин всегда был связан с металлом. Их общая формула была следующей: $[M(Gly)(SO_4)]_x(H_2O)_n$.