

SCIEX QTOF系统在聚丙烯（PP）材料有机溶剂浸出物定性分析中的应用

Application of Qualitative Analysis in the Extracts of Polypropylene (PP) Materials in Organic Solvents based on SCIEX QTOF High Resolution Mass Spectrometry

张崇, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Zhang Chong, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX应用技术中心, 北京;

Key Words: SCIEX QTOF, Polypropylene (PP) Materials, Extracts, Qualitative Analysis, E&L

梯度洗脱: A相: 水 (2.5mM甲酸铵+0.01%甲酸)
B相: 异丙醇-乙腈 (40-60)

前言

聚丙烯简称PP, 为丙烯通过加聚反应生成的聚合物, 是一种性能优良的热塑性合成树脂。PP具有耐化学性、耐热性、电绝缘性、高强度机械性能和良好的高耐磨加工性能等, 在食品、药品包装等领域有广泛应用。但由于聚丙烯在低温下的抗冲击性能差、耐候性不佳、表面装饰性差以及在电、磁、光、热、燃烧等方面的功能性与实际需要的差距, 在聚丙烯材料生产中通常需要加入一系列的改性剂 (俗称助剂), 提高其综合性能, 扩大应用领域。而在聚丙烯材料的使用过程中, 由于条件不当 (高温、油脂) 可能会导致改性剂渗出, 危害使用者的身体健康。

本实验基于新型高分辨质谱SCIEX QTOF系统, 对经二甲苯、二氯甲烷、乙二醇为主的有机溶剂浸泡过的PP材料浸出物进行定性分析。

液相方法

色谱柱: Phenomenex Omega Polar C18 (2.1 × 100mm, 2.6 μm)

流速: 0.3ml/min

柱温: 40°C

进样量: 5 μl

表1. 液相梯度

时间	A %	B %
0	98	2
0.5	98	2
1	55	45
19	0	100
23	0	100
23.1	98	2
26	98	2

质谱方法

质谱型号: SCIEX QTOF系统

CDS自动校正

扫描模式: IDA数据采集模式, DBS开启

扫描范围: 一级m/z 100-2000 二级m/z 50-2000

离子源: ESI源, 正/负模式

离子源参数:

IS电压: 5500/-4500V 气帘气: 30psi
 雾化气GS1: 50psi 辅助气GS2: 50psi
 源温度TEM: 500°C 碰撞气CAD: 8

爽滑剂、增塑剂、光稳定剂、防黏剂、PEG类等多种PP材料改性剂，根据改性剂作用分类见图1。

所有鉴定得到化合物的一级质量精度均在2ppm以内，同位素偏差小于5%，二级碎片与SCIEX专门针对包材（E&L）领域推出的高分辨一级&二级数据库、及推导的改性剂相关副产物结构式匹配度良好，鉴定结果真实可靠。

实验思路

本实验采用TOF MS-IDA-MS/MS采集模式，结合智能化的动态背景扣除技术（DBS），在一次进样分析中，采集到大量化合物的高质量有效的高分辨一级和二级质谱信息，为后续定性分析打好数据基础。同时在流动相中加入一定比例的异丙醇，洗脱出多种强保留化合物。

应用SCIEX OS软件进行一站式数据处理，结合靶向、非靶向分析、降解产物推导及文献报道等多种方式进行定性分析，快速、准确、完整的对PP材料浸出物进行鉴定。

实验结果

正负模式下共计鉴定出131种化合物，包括抗氧化剂、成核剂、

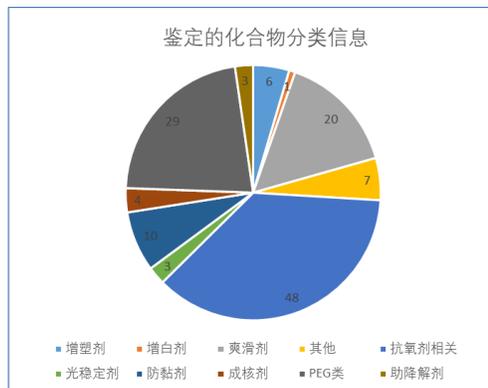


图1. 鉴定到的化合物分类信息

表2. 部分鉴定结果示例

类别	化合物名称	分子式	保留时间/min	一级质量数偏差(ppm)	同位素偏差	谱库得分
增塑剂	己二酸二异丁酯	C ₁₄ H ₂₆ O ₄	7.334	1	0.4	100
增塑剂	邻苯二甲酸二辛酯	C ₂₄ H ₃₈ O ₄	14.144	0.9	1.9	99.6
增塑剂	邻苯二甲酸二壬酯	C ₂₆ H ₄₂ O ₄	15.298	0.6	2.7	95.5
增塑剂	偏苯三酸三辛酯	C ₃₃ H ₅₄ O ₆	17.781	0.7	1.9	99.5
增塑剂	偏苯三酸三异癸基酯	C ₃₉ H ₆₆ O ₆	19.383	0.7	1.9	99.3
增塑剂	乙酰柠檬酸三丁酯	C ₂₀ H ₃₄ O ₈	8.899	0.7	2.2	99.2
增白剂	荧光增白剂 184	C ₂₆ H ₂₆ N ₂ O ₂ S	15.001	0.7	1.1	97.8
抗氧化剂	抗氧化剂1010	C ₇₃ H ₁₀₈ O ₁₂	17.573	-0.8	4.2	98.3
抗氧化剂	抗氧化剂1076	C ₃₅ H ₆₂ O ₃	19.213	0.5	5	98
抗氧化剂	抗氧化剂168	C ₄₂ H ₆₃ O ₃ P	19.893	-0.7	1.3	98
光稳定剂	光稳定剂622	C ₃₁ H ₅₄ N ₂ O ₉	2.34	1.1	3.9	97.9
爽滑剂	N,N-二乙基十二酰胺	C ₁₆ H ₃₃ NO	11.46	0	1.8	98.8
爽滑剂	油酸酰胺	C ₁₈ H ₃₅ NO	11.868	-0.4	2.8	98.7
爽滑剂	HTPE棕榈酸	C ₂₇ H ₅₃ NO ₃	11.906	1.6	3.2	98.7
爽滑剂	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	12.895	-0.2	0.9	98.5
爽滑剂	油酸	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	13.19	0.7	2	98.5
.....						

数据处理策略示例

1、应用SCIEX专门针对包材 (E&L) 领域的高分辨一级&二级谱库, 进行靶向鉴定分析

使用SCIEX OS软件导入高分辨谱库化合物列表进行峰提取和数据库匹配, 通过一级质量准确度, 同位素丰度偏差, 二级谱库匹配得分三个维度给出可靠的鉴定结果。靶向流程可大大节省对分析结果的验证时间, 提高数据处理效率, 保证更准更快的鉴定相关物质 (图2)。

2、采用半靶向方式, 对助剂相关副产物进行定性分析

PP改性剂为功能性添加剂, 以抗氧化剂为例, 该类化合物通常以自我牺牲 (优先被氧化) 的形式实现抗氧效果 (图3)。因此抗氧化剂1010、168等的氧化、降解产物可能出现在PP浸出物中。据此推断出助剂副产物的分子式, 采用半靶向的方式, 用高分辨精确质荷比及同位素丰度验证分子式, 用二级碎片验证推测结构式, 对相关化合物进行定性分析 (图4、5)。

3、采用nonTarget模式进行非靶向提峰, 链接在线数据库定性更多目标物。

非靶向流程可以设置空白样本, 根据设定的峰面积比扣除空白样本中的离子, 软件可以自动将离子的不同加合形式和不同电荷数进行分组, 增加鉴定准确度, 减少重复鉴定的工作。提取出来的离子会自动给出分子式, 链接到SCIEX本地数据库或者在线数据库进行检索, 给出鉴定结果 (图6)。

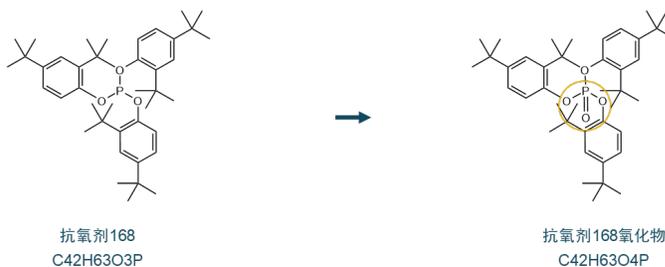
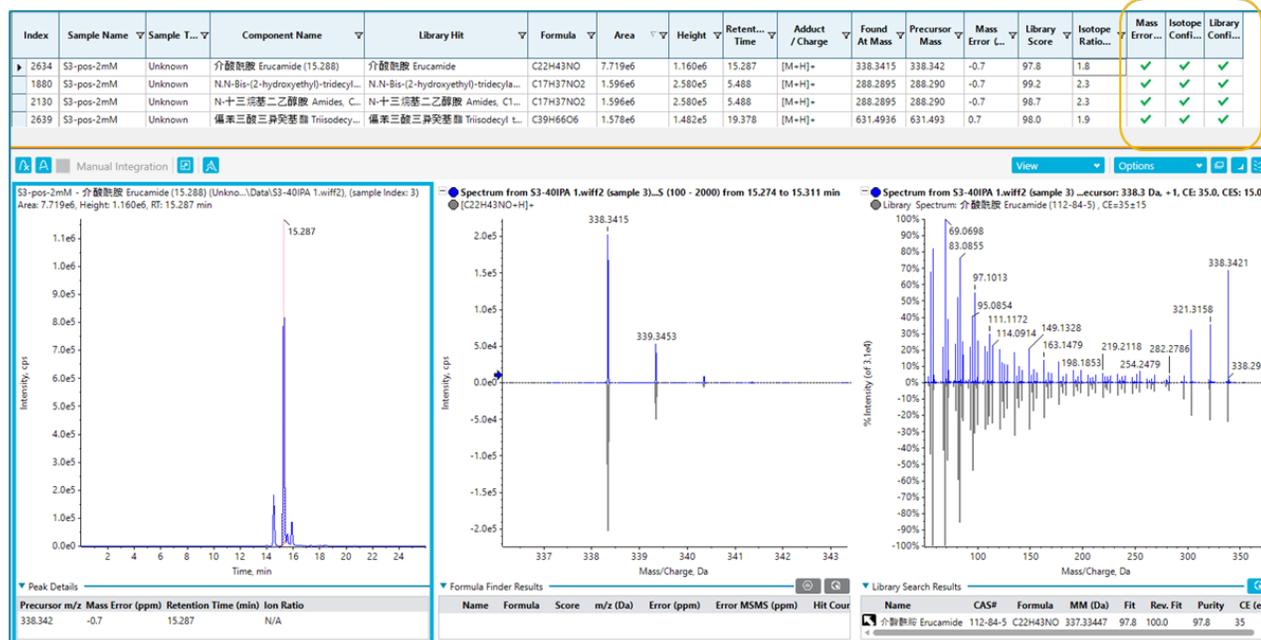
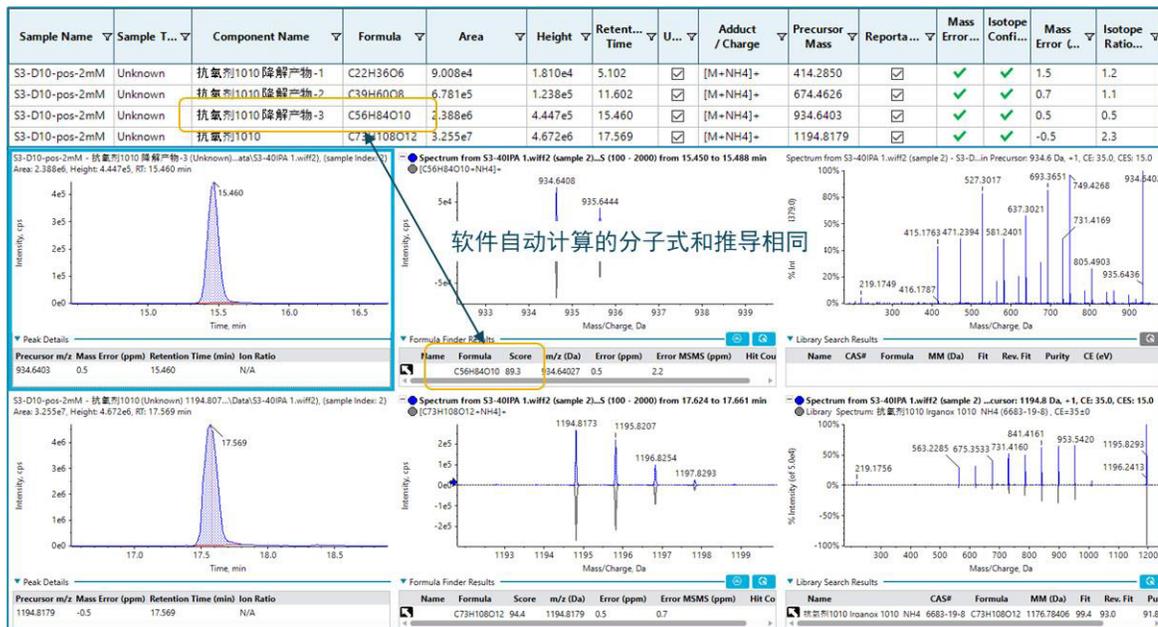


图3. 抗氧化剂168氧化过程



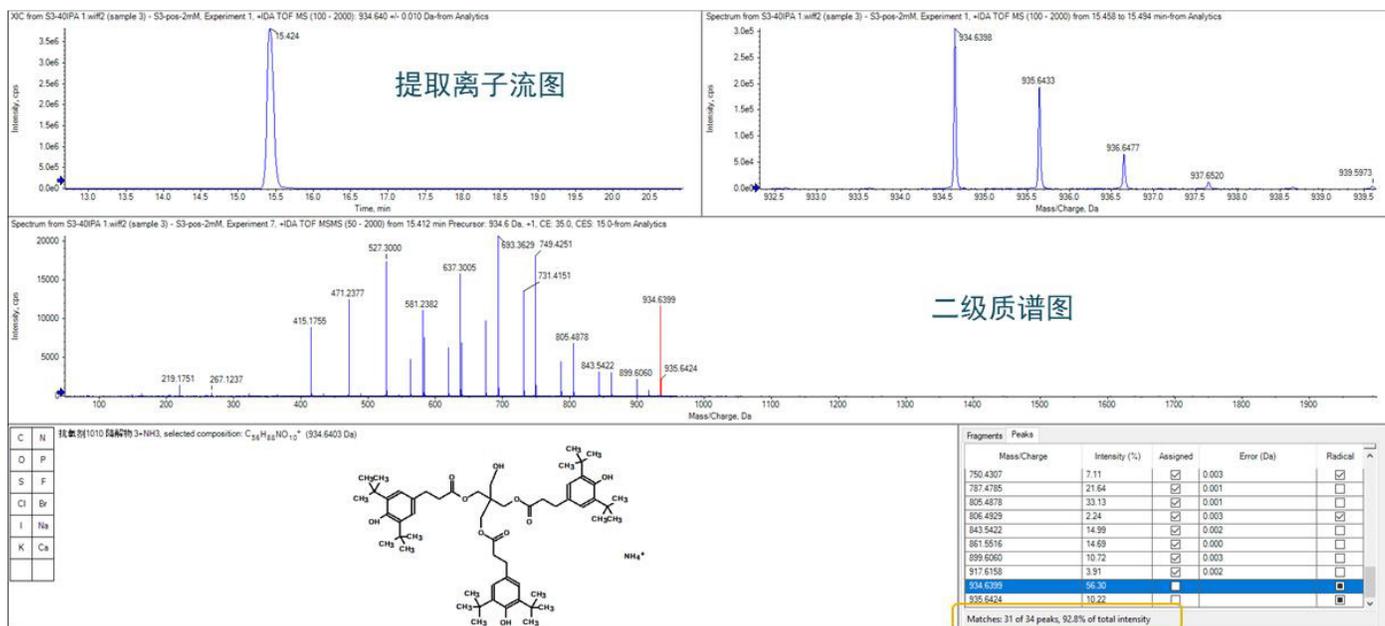
质量偏差、
同位素丰度、
谱库匹配得
分三关锁定
目标化合物

图2. 靶向鉴定分析结果示例



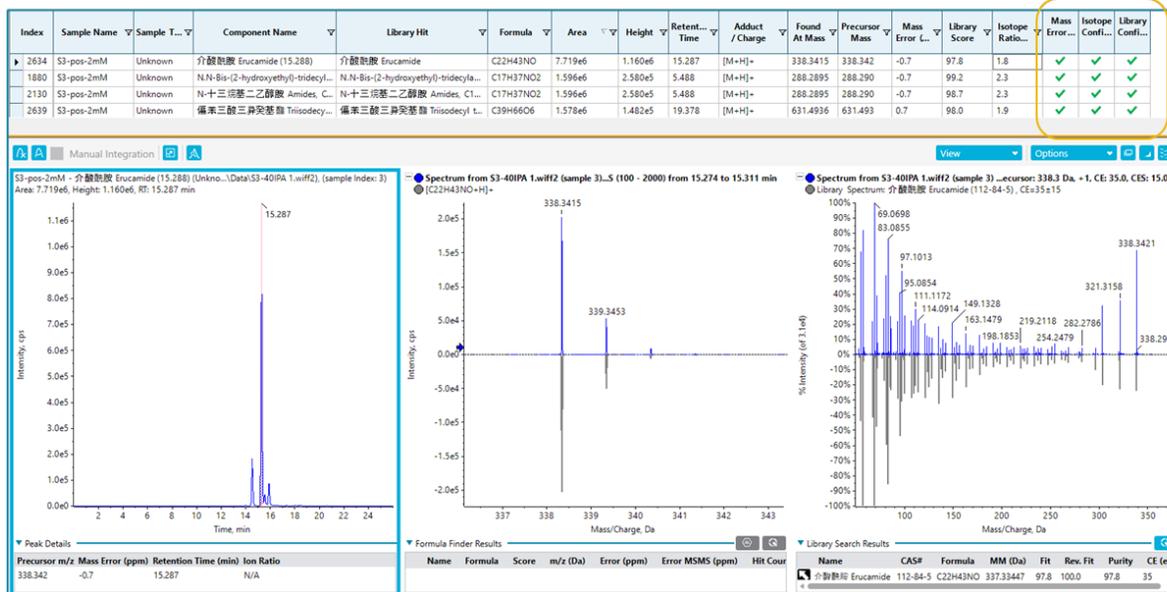
理论和实测
值质荷比及
分子式同位
素丰度匹配
良好

图4. 预测的分子式提峰及自动计算分子式得到的结果展示



结构式与二级碎片
匹配结果

图5. 导入结构式进行二级碎片匹配



质量偏差、
同位素丰度、
谱库匹配得
分三关锁定
目标化合物

图6. nonTarget提峰结果，链接到在线数据库定性得到1,3:2,4-二对甲基苄叉山梨醇

总结

本实验采用SCIEX QTOF系统的IDA+DBS采集技术对PP材料经有机溶剂浸出后的产物进行分析。IDA+DBS采集技术可以实现一针进样同时获得高分辨一级和二级质谱图，保证在有限时间内高效采集到更全面、准确、有效的质谱信息。

采用靶向、非靶向分析、降解产物推导及文献报道等多种方式，共计鉴定出130余种化合物，包括抗氧化剂、成核剂、爽滑剂、增塑剂、光稳定剂、防黏剂、PEG类等多种PP助剂类化合物。

SCIEX专门针对包材（E&L）领域推出的高分辨一级&二级数据库帮助更快、更准确的找到更多的目标物，可极大的减少工作量；简单快速的非靶向筛查流程结合Formula Finder功能、在线数据库等可提供更多有用的化合物信息，定性结果准确度高。

以上定性流程完整高效，可为包材浸出物的筛查定性分析提供解决方案。

SCIEX临床诊断产品仅用于体外诊断。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/或某些其他地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15594-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)