

基于高分辨质谱的液晶单体材料表征

Characterization of Liquid Crystal Monomer Materials Based on High Resolution Mass Spectrometry

李广宁¹, 禹凯², 孙小杰¹, 刘冰洁¹, 郭立海¹

Li Guangning¹, Yu Kai², Sun Xiaojie¹, Liu Bingjie¹, Guo Lihai¹

¹ SCIEX 中国

² 河北美星化工有限公司

Key words: Liquid Crystal Monomer, LCD, X500R

引言

液晶显示技术 (LCD) 通过液晶材料的光学特性来控制像素的亮度和色彩。LCD 显示屏由背光源、色彩滤光器和液晶层组成, 以像素为基本单元, 其液晶层通过电压驱动控制液晶分子排列方式, 改变光的偏振来调整透过的光线强度, 实现图像的显示。随着科技的发展, 新的显示技术如 OLED 和 MicroLED 正在逐渐兴起, 它们在某些方面提供了比传统 LCD 更优异的性能, 但 LCD 技术因其成熟的工艺和成本效益在许多应用领域仍然占据重要地位。

当前主流的液晶显示技术为薄膜晶体管液晶显示 (TFT-LCD), 使用薄膜晶体管技术改善影像品质。用于 TFT-LCD 的液晶材料需满足许多参数要求, 任何一种液晶单体都不能满足全部使用要求。行业中一般使用多种液晶单体混合, 并加入少量添加剂配成混合液晶来满足应用上的不同需求, 此种液晶单体的混合物称混合液晶。

传统的 TFT-LCD 混合液晶材料表征往往采用气相色谱质谱 (GC-MS) 联用技术进行, 但由于 GC-MS 的电子轰击模式 (EI) 模式自身属于硬电离模式的技术特点, 对有些含不稳定结构的化合物很难获得分子离子峰, 这为材料组分的结构鉴定带来了困难。我们采用液质联用技术, 使用电喷雾模式对化合物进行电离分析, 可有效分离并获得各液晶单体的组分的分子离子峰, 同时利用高分辨质谱的高精度特点对其进行分子式判定, 结合数据库进行鉴定, 可快速对 TFT-LCD 混合液晶材料的各组分进行鉴定分析。

本实验具有特点如下:

1. 使用 ESI 源进行液晶单体分析, 通过优化流动相, 使其在较“柔和”的条件下电离, 可有效提高分析所需的灵敏度并获得化合

物的准分子离子特征信息。

2. 液晶单体往往具有芳环结构, 高分辨质谱采集到的精确分子量结合化合物本身紫外吸收图谱特征可帮助快速确定液晶单体的元素组成信息, 确定其分子式。
3. SCIEX 高分辨质谱在业界以快速的扫描速度知名, 结合其利动态背景扣除技术, 实现一针进样, 同时采集到样品成分鉴定所需的高分辨 TOF MS 和 TOF MS/MS 数据, 为未知化合物结构鉴定提供充分的科学依据。
4. SCIEX OS 软件的高效的 Formula Pane 功能可快速帮助分析高精度质谱采集的化合物二级质谱信息, 并对疑似结构进行佐证, 提高化合物表征的准确性。



SCIEX X500R 系统

1 实验方法

1.1 样品处理

混合液晶样品经四氢呋喃溶解后, 取适量样品甲醇稀释后上机分析。

1.2 液相色谱条件

色谱柱：C18色谱柱 (2.1 × 100 mm, 1.7 μm)

流速：0.4 mL/min

柱温：40°C

紫外扫描范围：190 nm - 800 nm

A相：水 (含2mm 甲酸铵及0.01%甲酸, 正模式) /水 (负模式)

B相：甲醇

Time [min]	Flow [mL/min]	B.Conc [%]
0.0	0.3	10
1	0.3	10
5	0.3	20
13	0.3	90
17.5	0.3	90
17.6	0.3	10
20	0.3	10

1.3 质谱条件

扫描模式：分别采用正负两种模式对待测样品进行扫描

离子源：ESI

源温：450 °C

质谱参数：

Parameter	TOF MS (Survey)	CID MS/MS
Start Mass	100	50
Stop Mass	1000	1000
Accumulation time (sec)	0.15	0.08
Maximum IDA Candidates	10	
CE (volts)	10	35 ± 15

2 结果与讨论

2.1 LCD晶体化合物的鉴定结果

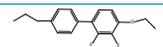
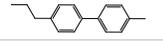
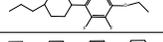
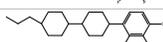
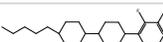
鉴于大多数液晶显示器 (LCD) 中的晶体属于芳香族化合物, 我们的分析流程首先利用光二极管阵列紫外检测器 (PDA) 来捕获样品的紫外信号。所得的紫外色谱图随后作为液相色谱-质谱联用 (LC-MS) 分析中的一个重要“标志信号”。接着, 样品在高分辨质谱的进一步分析中被详细探究, 以实现化合物的精确鉴定。此方法确保了混合液晶样品中各单体材料表征的准确性和效率。液晶单体的紫外信号及总离子色谱图见图1, 液晶单体的紫外色谱图及其离子流图基本成一一对应关系。

使用X500R高分辨质谱鉴定混合液晶样品, 共鉴定到9种液晶单体化合物, 除2号化合物外, 其余化合物的苯环结构上均有不同数量的F取代, 此外, 1、3、4、5、8、9号化合物为具有含醚键的支链结构, 所有化合物质荷比均在200-400之间。化合物详细鉴定信息见表1, 所有化合物质量偏差均在2 ppm以内。

2.2 液晶单体化合物的结构确证

以5号色谱峰为例, 使用PDA (二极管阵列紫外检测器) 检测

表1. 液晶混晶的鉴定结果及其可能结构

化合物	保留时间(min)	推测分子式	加合方式	理论质荷比	质量偏差	疑似结构式
Compound 1	3.88	C ₁₇ H ₁₈ F ₂₀	[M+H] ⁺	277.1399	1.6ppm	
Compound 2	4.5	C ₁₆ H ₁₈	[M+H] ⁺	211.1481	1.5ppm	
Compound 3	6	C ₁₇ H ₂₄ F ₂₀	[M-H] ⁻	281.1723	0.5ppm	
Compound 4	7.44	C ₂₂ H ₂₆ F ₂₀	[M-H] ⁻	343.1879	0.3ppm	
Compound 5	8.1	C ₂₃ H ₂₈ F ₂₀	[M-H] ⁻	357.2036	0.1ppm	
Compound 6	8.5	C ₂₁ H ₂₃ F ₃	[M+H] ⁺	333.1825	1.9ppm	
Compound 7	10.1	C ₂₃ H ₃₄ F ₂₀	[M-H] ⁻	363.2505	1.1ppm	
Compound 8	10.6	C ₂₄ H ₃₆ F ₂₀	[M-H] ⁻	377.2662	0.9ppm	
Compound 9	11	C ₂₅ H ₃₈ F ₂₀	[M-H] ⁻	391.2818	1.5ppm	

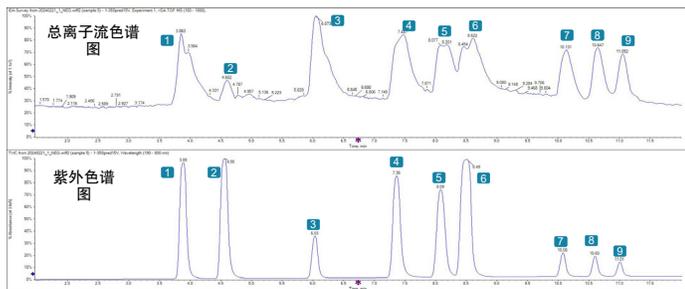


图1. 液晶混晶的紫外色谱图及离子流图

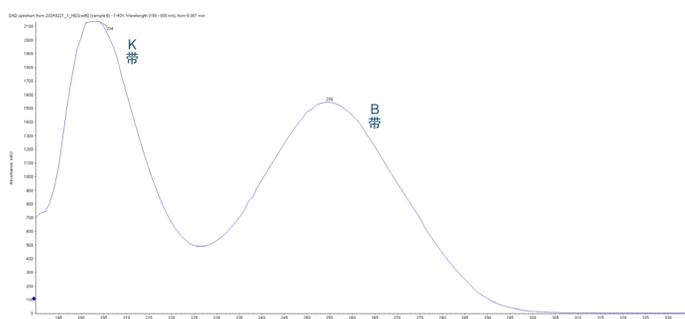


图2. 液晶单体化合物的紫外光谱图

对其在190-800 nm下进行全波长紫外扫描，可以观察到其在204 nm及256 nm处表现出明显的紫外吸收峰（图2），此紫外光谱图与芳香苯类化合物紫外吸收特征相似，从而推测化合物可能含有苯环结构。

借助X500R高分辨质谱系统，我们能够获得化合物的精确质量数比（m/z），这一数据对于化合物的鉴定至关重要。结合系统内置软件的分子拟合功能，我们可以迅速而准确地确定未知物质的元素构成和可能的分子式。以色谱图中的5号峰为例，质谱分析揭示了其质量数比为357.2035。通过Formula Finder工具的自动化处理，我们推测该化合物在[M-H]⁻模式下的分子式为C₂₃H₂₈F₂O，其质量偏差为0.1 ppm（图3）。

在疑似分子式的基础上，化合物的精细结构鉴定则依赖于高分辨率二级质谱（MS/MS）所提供的碎片信息。SCIEX OS软件中的

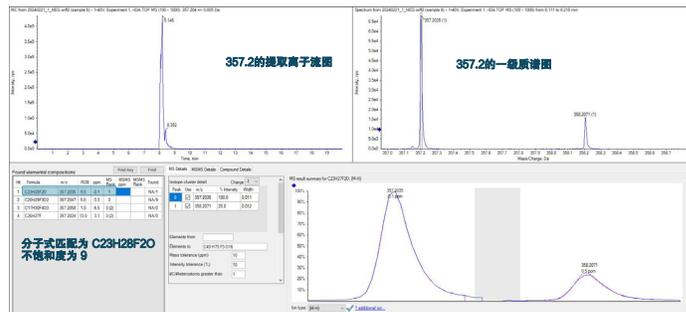


图3. 液晶单体疑似分子式的拟合

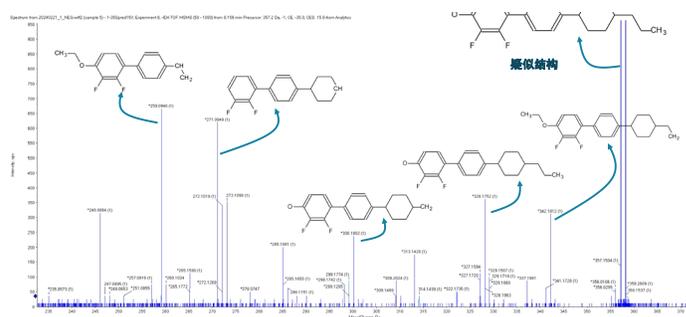


图4. 液晶单体化合物的疑似结构推测

Formula Pane功能，能够辅助用户自动匹配疑似结构的质谱峰（图4），极大提升了鉴定过程的准确性与可靠性。这一综合分析流程，不仅提高了未知化合物鉴定的效率，也确保了结果的科学性和精确性。

3 小结

在液晶单体材料的分析中，适用SCIEX高分辨质谱系统，利用电喷雾电离（ESI）模式能够有效捕获化合物的精确准分子离子峰。结合SCIEX OS软件的强大功能，可以对化合物进行精确的表征和鉴定，确保分析结果的准确性和可靠性。此工作流程的普适性不仅体现在液晶单体的鉴定和杂质分析上，也适用于液晶配方的全面解析，为生产厂家提高收益和提升生产效率提供了有力的技术支持。

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，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美利坚和/或某些其他地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-31983-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

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

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