

## 应用SCIEX LC-MS/MS快速测定22种光引发剂

## Rapid Detection of 22 Photoinitiators by SCIEX LC-MS/MS

张小刚<sup>1</sup>, 吴倩<sup>2</sup>, 陈贝贝<sup>2</sup>, 杨总<sup>1</sup>, 刘冰洁<sup>1</sup>

Zhang Xiaogang<sup>1</sup>, Wu Qian<sup>2</sup>, Chen Beibei<sup>2</sup>, Yang Zong<sup>1</sup>, Liu Bingjie<sup>1</sup>

<sup>1</sup> SCIEX应用支持中心, 中国; <sup>2</sup> 梅里埃检测技术(宁波)有限公司;

<sup>1</sup> SCIEX Application Support Center, China; <sup>2</sup> Merieux NutriSciences Testing Technology (Ningbo) Co., Ltd.

**Key Words:** LC-MS/MS, Photoinitiators

### 引言

光引发剂作为光固化材料体系的核心组分, 在紫外光或可见光激发下可产生活性自由基或阳离子, 进而引发单体或低聚物快速聚合固化。这一特性使其在涂料、油墨、3D打印及电子封装等领域得到广泛应用, 推动了绿色制造工艺的革新。然而, 部分光引发剂及其光解产物具有潜在生物毒性, 如二苯甲酮类物质可能干扰内分泌系统, 因此对其残留量的精准检测成为保障产品安全性和环境友好性的关键环节。

目前, 气相色谱和高效液相色谱是光引发剂检测的主流技术。然而, 传统色谱法在复杂基质分离能力、痕量物质灵敏度等方面存在局限, 难以满足日益严苛的检测需求。液相色谱-质谱联用技术通过将高效液相色谱的高效分离与质谱的高灵敏度、高选择性及结构解析能力相结合, 显著提升了复杂样品中痕量光引发剂的定性与定量分析精度。本文采用SCIEX LC-MS/MS建立了22种光引发剂的检测方案, 为光固化材料的质量控制和安全性评估提供技术支撑。

### 本实验方法具有如下特点:

1. 该方法简单快速, 一针进样10分钟可同时分析22种光引发剂
2. 方法灵敏度高, 22种光引发剂灵敏度达到皮克 (pg) 级, 足以满足行业检测的需求
3. 该方法经过多次验证, 线性关系良好, 稳定性好, 符合方法学要求

### 仪器设备

SCIEX ExionLc AE+ Triple Quad™系统



### 实验方法

#### 1. 色谱条件

色谱柱: Phenomenex Kinetex F5 (100 × 3.0 mm, 2.6 μm)

流动相: A为5 mmol/L乙酸铵溶液 (含0.1%甲酸), B为乙腈

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40°C

洗脱程序: 梯度洗脱 (表1)

表1. 液相梯度洗脱

Time (min)	A%	B%
0.0	90	10
1.0	90	10
5.0	5	95
8.0	5	95
8.1	90	10
10.0	90	10

## 2. 质谱条件

扫描模式：多反应监测MRM，正离子模式，MRM离子对见（表2）

离子源：ESI源；

喷雾电压（IS）：5500 V

离子源温度（TEM）：350 °C

气帘气（CUR）：30 psi

碰撞气（CAD）：7

雾化气（GS1）：50 psi

辅助雾化气（GS2）：60 psi

## 实验结果

### 1. 色谱条件优化

实验详细优化了色谱条件，比较了不同品牌、不同型号的色谱柱以及流动相，最终选择的色谱柱是Phenomenex Kinetex F5，流动相A为5 mmol/L乙酸铵溶液（含0.1%甲酸），B为乙腈，22种光引发剂均具有较好的色谱峰型（图1）。

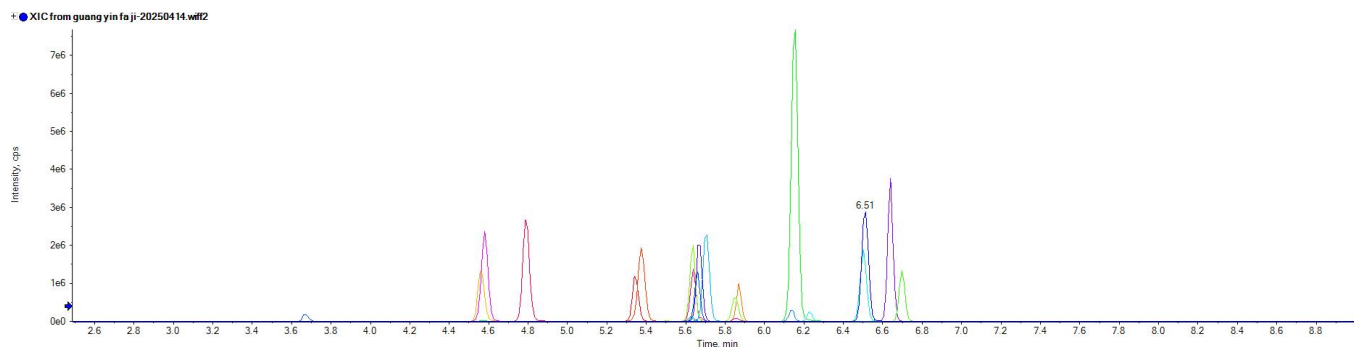


图1. 22种光引发剂TIC (XIC) 图

表2. 离子对信息

母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	化合物	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)	CAS号	中文名
255.1	213.1	speedcure ITX-1	150	33	5495-84-1	2-异丙基硫杂蒽酮
255.1	184.1	speedcure ITX-2	150	57		
194.1	151.1	ethyl 4-dimethylaminobenzoate -1	120	33	10287-53-3	4-二甲氨基苯甲酸乙酯
194.1	134.1	ethyl 4-dimethylaminobenzoate -2	120	43		
278.2	151.1	syncure EHA-1	160	45	21245-02-3	对二甲氨基苯甲酸异辛酯
278.2	166.1	syncure EHA-2	160	31		
187	105.1	photoinitiator 184-1	80	23	947-19-3	1-羟基环己基苯基甲酮
187	77	photoinitiator 184-2	80	45		
280.2	165.1	photoinitiator 907-1	110	31	71868-10-5	光引发剂 907
280.2	88	photoinitiator 907-2	110	29		

表2. 离子对信息 (续)

母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	化合物	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)	CAS号	中文名
183.1	77	benzophenone-1	60	45	119-61-9	二苯甲酮
183.1	105	benzophenone-2	60	23		
197.1	77	4-methylbenzophenone-1	120	47	134-84-9	4-甲基二苯甲酮
197.1	105	4-methylbenzophenone-2	120	23		
381.3	190.1	photoinitiator 379-1	120	37	119344-86-4	光引发剂379
381.3	308.2	photoinitiator 379-2	120	31		
343.2	297.1	photoinitiator 160-1	70	27	71868-15-0	光引发剂160
343.2	239.1	photoinitiator 160-2	70	43		
310.2	195.1	1-(biphenyl-4-yl)-2-methyl-2-morpholinopropan-1-one-1	135	34	94576-68-8	光引发剂307
310.2	167.1	1-(biphenyl-4-yl)-2-methyl-2-morpholinopropan-1-one-2	135	53		
349.2	147.1	speedcure TPO-1	90	27	75980-60-8	光引发剂TPO
349.2	119.1	speedcure TPO-2	90	53		
367.2	190.1	2-benzyl-2-(dimethylamino)-4'-morpholinobutyrophenone-1	120	45	119313-12-1	2-苄基-2-二甲基氨基-1-(4-吗啉苯基)丁酮
367.2	176.1	2-benzyl-2-(dimethylamino)-4'-morpholinobutyrophenone-2	120	27		
241.1	209.1	2-(methoxycarbonyl)benzophenone-1	60	23	606-28-0	邻苯甲酰苯甲酸甲酯
241.1	153.1	2-(methoxycarbonyl)benzophenone-2	60	41		
197.1	77	2-methylbenzophenone-1	100	43	131-58-8	2-甲基二苯甲酮
197.1	105	2-methylbenzophenone-2	100	23		
269.1	241.1	2,4-diethyl-9H-thioxanthen-9-one-1	160	33	82799-44-8	2,4-二乙基噻唑酮
269.1	213.1	2,4-diethyl-9H-thioxanthen-9-one-2	160	41		
325.2	176.1	4,4'-bis(diethylamino) benzophenone-1	140	35	90-93-7	光引发剂EMK
325.2	281.2	4,4'-bis(diethylamino) benzophenone-2	140	42		
165.1	129	2-hydroxy-2-methylphenylpropane-1-one-1	40	23	7473-98-5	光引发剂 1173
165.1	91	2-hydroxy-2-methylphenylpropane-1-one-2	40	37		
274.2	225.1	2,2-dimethoxy-2-phenylacetophenone-1	20	17	24650-42-8	光引发剂 651 (BDK)
274.2	197.1	2,2-dimethoxy-2-phenylacetophenone-2	20	31		
259.1	77	4-benzoylbiphenyl-1	130	57	2128-93-0	光引发剂PBZ
259.1	105	4-benzoylbiphenyl-2	130	25		
269.1	148.1	4,4'-di(Dimethylamino)benzophenone-1	140	35	90-94-8	4,4'-二(N,N-二甲氨基)二苯甲酮
269.1	120.1	4,4'-di(Dimethylamino)benzophenone-2	140	46		
225.1	105	2,4,6-ttrimethylbenzophenone-1	120	23	954-16-5	2,4,6-三甲基二苯甲酮
225.1	77	2,4,6-ttrimethylbenzophenone-2	120	59		
194.1	77	2-(dimethylamino)ethyl benzoate-1	90	57	2208-05-1	苯甲酸二甲基氨基乙酯
194.1	72	2-(dimethylamino)ethyl benzoate-2	90	19		

## 2.方法线性和重复性

加标配制系列标准曲线, 结果显示22种光引发剂化合物在0.1-20 µg/L范围内线性关系良好, 相关系数r均大于0.995 (图2); 连续进样6针, 峰面积的RSD小于3%, 以speedcure ITX为例, 不同浓度下连续进样均具有较好的精密度 (图3), 表明该方法具有良好的稳定性, 该实验方法完全满足定量检测的要求。

## 小结

本文建立了高效液相色谱-串联质谱快速定量分析检测22种光引发剂方法。该方法灵敏度高, 线性关系良好, 重复性好, 足以满足光引发剂定量检测要求, 在光固化材料领域检测光引发剂具有重要的参考意义。

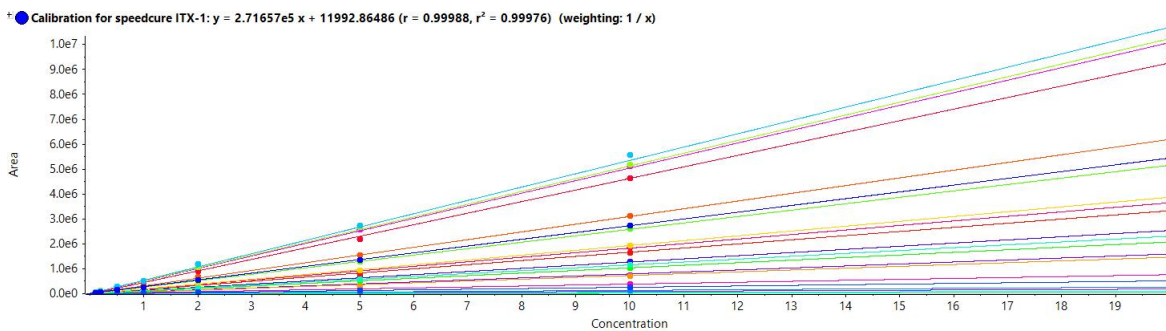


图2. 22种光引发剂基质匹配曲线

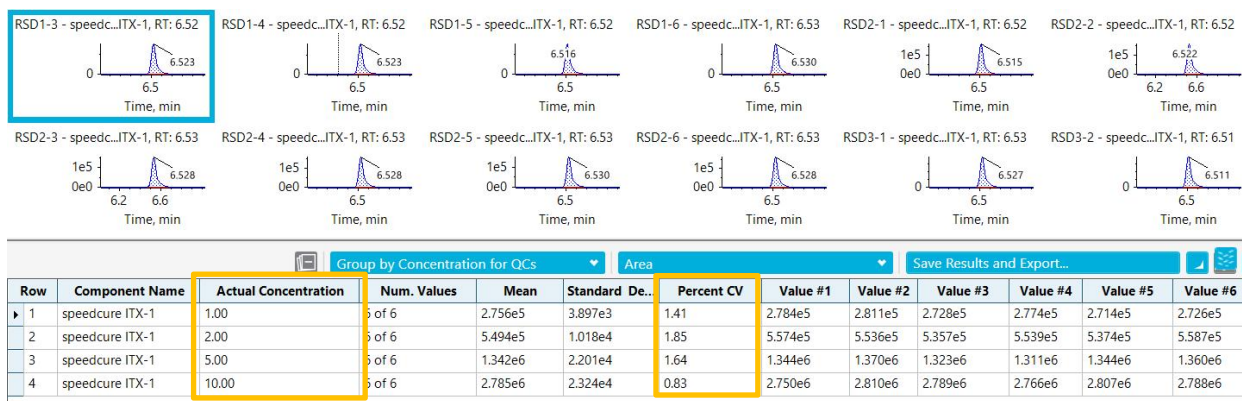


图3. speedcure ITX不同浓度RSD (n=6)

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. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-35391-A