

# SCIEX X500R QTOF系统在OLED原料杂质分析中的应用

## Application of SCIEX X500R QTOF System in Impurity identification of OLED materials

陈西, 贾彦波, 刘冰洁, 郭立海

Chen xi, Jia yanbo, Liu bingjie, Guo lihai

SCIEX中国

SCIEX China

**Key Words :** OLED; X500R; Luminescent Materials; Ir

### 前言

有机发光半导体 (Organic Light-Emitting Diode, OLED), 具有色彩丰富、主动发光、宽视角、低功耗、可实现柔性显示等特性, 在信息显示和固态照明领域具有广阔的应用前景<sup>[1]</sup>。有机发光材料 (Luminescent Materials) 是OLED的核心部分, 是决定器件性能的关键因素。由于有机发光材料的合成方法和反应机理的多样性, 生产过程极易产生副反应, 生成的杂质由于结构的差异可能具有不同的光物理和化学特性, 这些特性可能影响OLED设备的性能、稳定性和寿命。因此有必要对发光材料中的杂质进行研究, 以改善工艺, 提高产品的产量和质量。

根据发光方式, 可将发光材料分为荧光发光材料和磷光发光材料。磷光金属配合物是小分子磷光材料中的一种。其中, 金属铱 (Ir) 配合物由于其激发态寿命短、效率高, 以及宽色域, 是目前最常见的磷光材料<sup>[2]</sup>, 本文以某未知含Ir配合物的杂质鉴定为例, 介绍SCIEX X500R QTOF系统在OLED原料质量控制中的应用。



SCIEX X500R QTOF系统

### 实验方法

#### 1. 液相条件:

流动相: 水-乙腈 (13:87)

色谱柱: C18 (2.7  $\mu$ m, 4.6 $\times$ 50 mm)

流速: 0.2 mL/min;

紫外检测波长: 254 nm

#### 2. 质谱方法:

离子源: ESI源, 正离子模式

扫描模式: TOF MS-IDA-TOF MS/MS;

扫描范围: TOF MS: 100-1000 Da; TOF MS/MS: 50-1000 Da

碰撞能量: 35  $\pm$  15 V

#### 3. 样品制备

取适量样品, 加入四氢呋喃, 80 $^{\circ}$ C水浴超声约20 min, 使溶解。

### 结果与讨论

#### 1. 数据质量

LC-UV为杂质发现的常规方式, 图1显示了样品一针采集获得的质谱总离子流图 (TIC) 和紫外吸收色谱图, 紫外吸收色谱图中除主成分峰外, 主要在4.8 min和10.8 min发现两个杂质峰, 这两个峰在质谱TIC图中对应位置也能被发现。

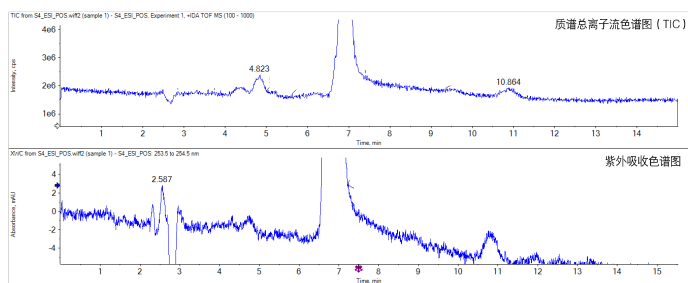


图1. HPLC-UV-QTOF采集, 同时获得质谱总离子流色谱图(上)与紫外吸收色谱图(下)

以杂质9 (RT 10.8 min) 为例, 双击质谱TIC图, 可得到该保留时间的一级质谱 (TOF MS) 图, 单击质谱峰, 可获得对应的二级质谱图 (图2)。在一级质谱图中, 鼠标选中化合物的质谱峰 (包括主要同位素峰), 使用Formula Finder功能, 软件通过精确质荷比(m/z) 和同位素分布可快速计算出该化合物可能的分子式 (图3)。杂质9推测的分子式与实际质谱峰的质量误差仅0.2 ppm (一般要求 < 5 ppm), 说明结果可靠。在已知主成分结构式的基础上, 可通过分子式推断杂质可能的结构, 并利用软件的Fragments pane功能结合已经获得的二级谱图对杂质的结构进行验证。

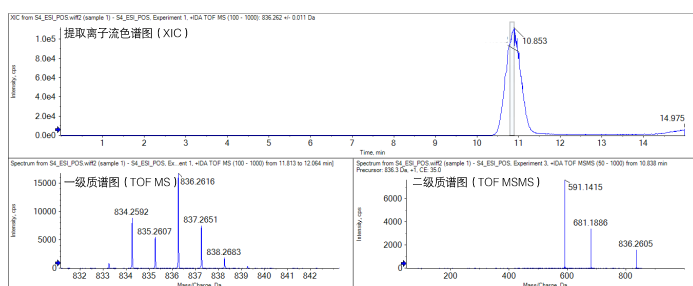


图2. 杂质9质谱信息

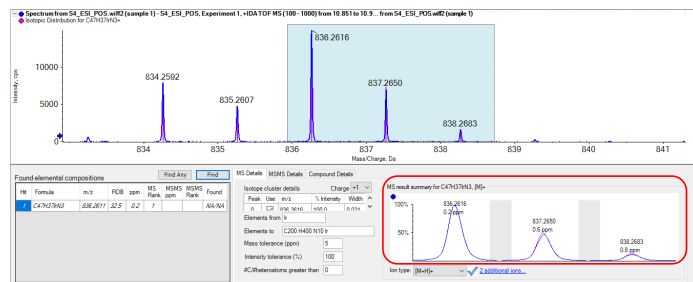


图3. 杂质9分子式拟合结果: 理论 (红) 和实际 (蓝) 质谱图分布高度一致, 质量误差仅0.2 ppm。

考虑到紫外检测器灵敏度和特异性的局限性, 部分含量相对较低的杂质可能会被忽略, 得益于SCIEX OS软件强大的未知物发现功能, X500R QTOF系统可以在没有紫外检测器帮助的情况下进行杂质的发现和解析。通过SCIEX OS的非靶向提峰功能, 可快速获得质谱数据中所有色谱峰, 以及可用于该色谱峰结构解析的一级和二级质谱图。

以杂质6 (RT 6.5 min) 为例, 在紫外吸收色谱图上, 该杂质浓度较低, 加上出峰恰好与主峰有重叠, 因而被掩盖, 无法被发现。但通过SCIEX OS软件的提取, 可发现该杂质有明显的质谱峰, 且同时得到了高质量的二级质谱图。同样的, 通过Formula Finder功能计算出该杂质的分子式为C<sub>39</sub>H<sub>29</sub>IrN<sub>3</sub> (图4)。

利用上述方式, 本实验从发光材料样品中共发现了9个相关杂质, 其中7个为紫外吸收谱图上无法发现的, 杂质详细信息见表1。

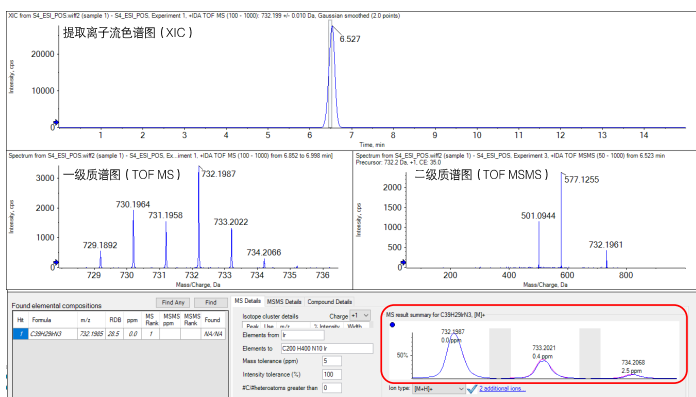


图4. 杂质6质谱信息及分子式拟合结果: 理论 (红) 和实际 (蓝) 质谱图分布高度一致, 质量误差为0 ppm。

表1

	保留时间 (min)	质荷比	分子式
杂质1	3.4	714.1738	C <sub>40</sub> H <sub>27</sub> IrN
杂质2	4.2	792.1844	C <sub>43</sub> H <sub>26</sub> IrN <sub>4</sub>
杂质3	4.8	776.1894	C <sub>45</sub> H <sub>29</sub> IrN
杂质4	5.8	760.1930	C <sub>38</sub> H <sub>26</sub> IrN <sub>6</sub>
杂质5	6.0	832.2519	C <sub>49</sub> H <sub>37</sub> IrN
杂质6	6.5	732.1987	C <sub>39</sub> H <sub>29</sub> IrN <sub>3</sub>
杂质7	6.9	746.2144	C <sub>40</sub> H <sub>31</sub> IrN <sub>3</sub>
杂质8	8.9	774.2462	C <sub>42</sub> H <sub>35</sub> IrN <sub>3</sub>
杂质9	10.8	836.2616	C <sub>47</sub> H <sub>37</sub> IrN <sub>3</sub>

## 总结

本文介绍了利用SCIEX X500R QTOF 系统进行OLED发光材料杂质鉴定的完整工作流程。SCIEX高分辨质谱系统仅需一针进样即可获得化合物一级和二级质谱完整信息，SCIE OS软件可对采集的大量数据进行快速智能处理，帮助进行杂质的发现和鉴定。该通用流程可帮助用户进行材料的质量控制和合成工艺的优化。

## 参考文献

- [1] 崔荣朕, 唐艳茹, 等. 蓝色有机致电发光材料及器件的研究进展 [J]. 应用化学 2015年第32卷 第8期
- [2] Ma D, Tsuboi T, Qiu Y, et al. Recent progress in ionic iridium (III) complexes for organic electronic devices[J]. Advanced Materials, 2017, 29(3): 1603253.

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。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15250-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](http://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](#)