

应用 MALDI-TOF MS 检测难溶性有机颜料的分子量

MALDI-063

摘要：有机颜料由于其难溶于常见溶剂的特性，给传统的质量控制方法带来了挑战。MALDI-TOF MS 技术无需样品溶解处理，可以直接进行高效、准确的分子量检测。本文以颜料橙 5、酞菁蓝和颜料紫 19 为例，应用 MALDI-TOF MS 对常见难溶性有机颜料进行了精确的分子量分析，展示了 MALDI-TOF MS 技术在难溶性材料分析中的优越性能，为颜料行业的质量控制提供了方法参考。

关键词： MALDI-TOF 有机颜料 难溶性 分子量 质量控制

技术特点：

- ❖ 无需样品溶解处理，仅需简单溶剂分散即可高效、准确地对难溶性颜料进行分子量检测。
- ❖ 不仅可以准确地检测到主要成分的分子量，还能识别出样品中含有的少量杂质，质量精度高。

有机颜料是一类由碳基化合物组成的着色剂，具有高色彩强度、优异的耐光性和耐候性，广泛应用于涂料、油墨、塑料和纺织品等行业。根据化学结构和性能特点，有机颜料可分为偶氮颜料、酞菁颜料、喹吡啶酮颜料等。然而，许多高性能有机颜料由于其难溶于常见溶剂的特性，给传统的质量控制方法带来了挑战。基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱（MALDI-TOF MS）技术无需样品溶解，不需要复杂的样品前处理，可以直接进行高效、准确的分子量检测，解决了这一难题，是分析难溶性有机颜料

的理想工具。

本研究选取了三种典型的有机颜料——偶氮类颜料颜料橙 5、酞菁类颜料酞菁蓝和喹吡啶酮类颜料颜料紫 19，应用 MALDI-TOF MS 对其进行了精确的分子量分析。实验结果显示，该方法不仅能有效检测出这些颜料的主要成分及其分子量，还能识别样品中的杂质，验证了其在难溶性有机颜料分析中的优越性能，为颜料行业有机颜料的质量控制提供了参考方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱仪 MALDI-8030

1.2 分析条件

调谐模式：	线性正离子模式	激光能量：	70
激光器：	355 nm 固态激光器	离子门阈值：	100
扫描范围：	m/z 100-2000	脉冲引出质量 (Da)：	1500

1.3 试剂与样品

基质：DHB（2,5-二羟基苯甲酸），购自默克生命科学公司（货号：149357）

样品：颜料橙 5 标准品购自上海安谱实验科技公司（货号：CCDA-999039），酞菁蓝标准品购自默克生命科学公司（货号：546682），颜料紫 19 为某化工企业提供。

表 1 难溶性颜料化合物信息

样品编号	类别	CAS 号	名称	分子式	精确分子质量 (Da)
1	偶氮颜料	3468-63-1	颜料橙 5	C ₁₆ H ₁₀ N ₄ O ₅	338.07
2	酞菁颜料	147-14-8	酞菁蓝	C ₃₂ H ₁₆ CuN ₈	575.08
3	喹吖啶酮颜料	1047-16-1	颜料紫 19	C ₂₀ H ₁₂ N ₂ O ₂	312.09

1.4 样品前处理

称取少量样品加入四氢呋喃分散，浓度为 10 mg/mL，作为样品工作液。在靶板上依次滴加 0.5 μL 样品工作液和 0.5 μL DHB (2,5-二羟基苯甲酸) 基质溶液，自然干燥。样品干燥后将靶板送入质谱进行分析。

■ 结果与讨论

2.1 偶氮颜料 - 颜料橙 5

颜料橙 5 的化学名称为 1-[(2,4-二硝基苯基)偶氮]-2-萘酚，属于单偶氮类颜料(质谱图见图 1)。如图 1 所示，检测到 m/z 339.08 和 m/z 361.04 等离子峰，分别对应化合物的 $[M+H]^+$ 和 $[M+Na]^+$ 离子形式，质量精度良好(误差 0.01 Da)。此外，还检测到 m/z 308.09、 m/z 467.16 等信号峰，可能是样品中含有的杂质。

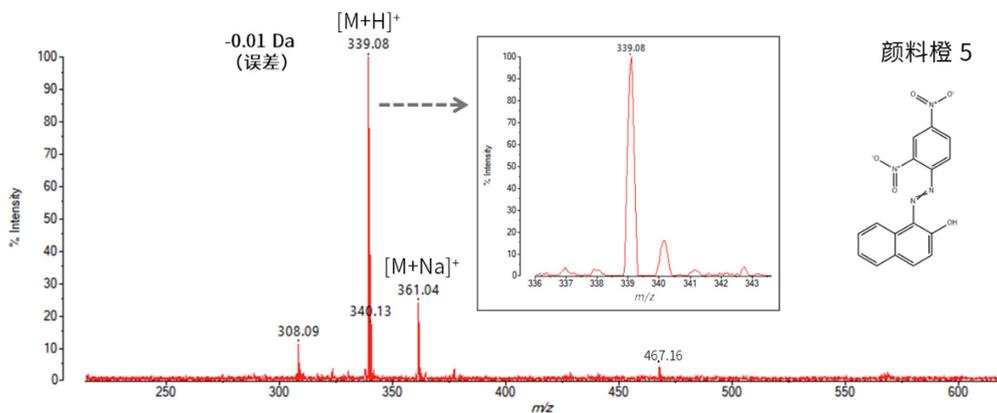


图 1 颜料橙 5 质谱图

2.2 酞菁颜料 - 酞菁蓝

酞菁蓝(又称颜料蓝 15)是一种最常见的酞菁类颜料，属于铜酞菁类颜料，具有一个中心铜离子和四个异吲哚单元组成的平面大环结构(质谱图见图 2)。如图 2 所示，质谱图信噪比良好，检测到 m/z 575.05 的信号峰，对应化合物的 $[M-e]^+$ 离子形式，质量精度较高(误差 0.03 Da)。此外，未检测到明显杂质，表明样品纯度较好。

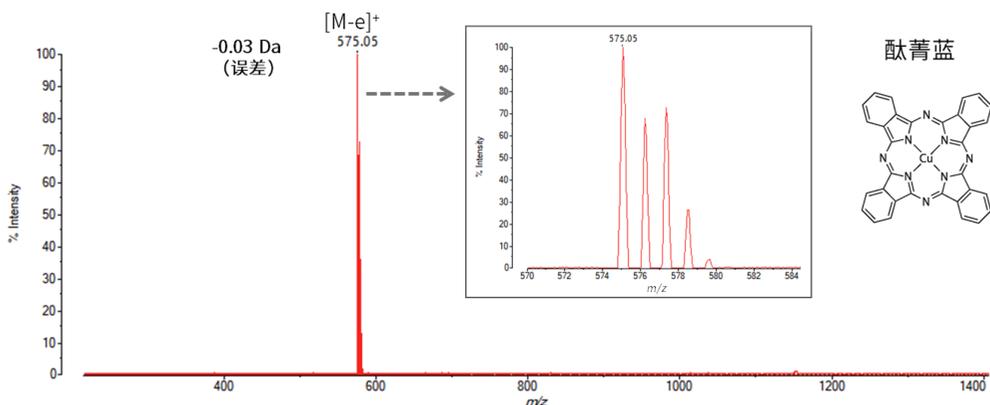


图 2 酞菁蓝质谱图

2.3 偶氮颜料 - 颜料紫 19

颜料紫 19 (Pigment Violet 19, PV19) 是一种高性能有机颜料, 化学名称为 2,9- 二氯喹吖啶 -5,12- 二酮, 属于喹吖啶酮类颜料 (质谱图见图 3)。如图 3 所示, 样品检测到 m/z 313.08 和 m/z 335.08 等离子峰, 分别对应化合物的 $[M+H]^+$ 和 $[M+Na]^+$ 离子形式, 质量精度良好 (误差 0.02 Da)。此外, 还检测到 m/z 284.95、 m/z 338.11 等信号峰, 可能是样品中含有的杂质。

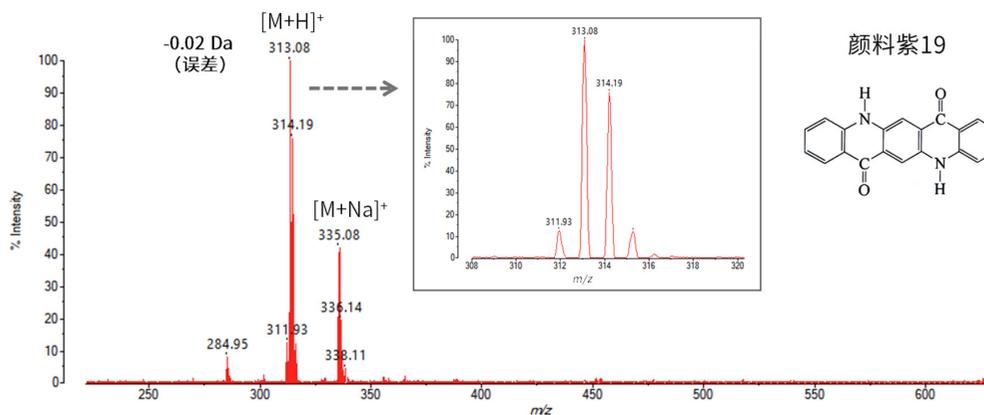


图 3 颜料紫 19 质谱图

■ 结论

本文利用 MALDI-TOF MS 成功分析了三种典型难溶性有机颜料——颜料橙 5、酞菁蓝和颜料紫 19 的分子量。实验结果显示, 所有样品无需复杂的溶解处理, 仅需简单溶剂分散即可高效、准确地检测到主要成分的分子量, 质量精度高, 并能识别出样品中含有的少量杂质。本研究为有机颜料的质量控制提供了一种可靠的方法参考, 展示了 MALDI-TOF MS 技术在难溶性材料分析中的显著优势, 有望成为有机颜料及其他难溶性材料质量评估的新标准。

岛津应用云

