

# 使用 LCMS-2050 定性定量分析化工材料中抗氧化剂

LCMS-031

**摘要：**本文建立了使用岛津单四极杆质谱 LCMS-2050 测定高分子材料中抗氧化剂四 (3- 十二烷基硫代丙酸) 季戊四醇酯 (抗氧化剂 412S) 的方法。LCMS-2050 的参数设置更加简单, Scan 模式的参数设置与 PDA 参数设置类似; SIM 模式的参数设置与 UV 类似。使用该方法定量限可达到 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 足够应对大多数化工材料中该物质的检测, 同时对重复性和回收率进行了考察, 该方法稳定性好, 结果准确, 可用于化工材料中抗氧化剂 412S 的定性定量分析。

**关键词：**单四极杆质谱仪 抗氧化剂 412S 化工材料

## 技术特点：

- ❖ 对于质量数大于 1000 的物质, 依旧能够准确定性定量分析。
- ❖ 使用 SIM 模式定量分析时参数设置更加简单。
- ❖ 可应对化工行业中较高浓度水平抗氧化剂含量的检测。

塑料材料具有成本低、耐酸碱腐蚀、防水耐用等很多优点, 广泛应用于我们的生活中的各个方面但材料在成型、储存和使用的过程中会因受到热、光、电或化学介质等作用而老化, 从而导致抗冲击强度、抗张强度、伸长率等物理性能的大幅下降, 因此在生产过程中通常会加入抗氧化剂予以改善, 抑制或延缓其老化降解过程。因为抗氧化剂的含量直接影响材料的抗氧能力; 同时作为食品或药品包装材料, 对抗氧化剂的迁移溶出量也有相应的规定。所以对抗氧化剂含量的测定有着重要意义。

四 (3- 十二烷基硫代丙酸) 季戊四醇酯是一种新型的塑料助剂, 该物质与塑料、橡胶材料相容性好; 具有低挥发和良好的稳定性; 与其它辅助抗氧化剂、稳定剂配合使用都呈现良好的增效作用, 广泛用于聚丙烯, 聚乙烯、聚酯、聚氯乙烯等合成树脂。

本文采用岛津 LCMS-2050 建立了化工材料中四 (3- 十二烷基硫代丙酸) 季戊四醇酯的检测方法, 该方法稳定性好、结果准确, 供相关研究人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40 与单杆质谱仪 LCMS-2050 联用系统。具体配置为：

系统控制器：SCL-40

自动进样器：SIL-40C X3

输液泵：LC-40B XR

质谱仪：LCMS-2050

柱温箱：CTO-40C

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.114



高效液相色谱质谱联用“LCMS-2050”

## 1.2 分析条件

### 液相色谱条件

色 谱 柱： Shim-pack Scepter C4-300 100 mm×2.1 mm I.D., 1.9 μm (P/N 227-31175-05; 岛津（上海）实验器材有限公司)

流 动 相： A相 -0.01mol/L 甲酸铵水溶液（含 0.1% 甲酸），B相 - 乙腈

流 速： 0.4 mL/min 柱 温： 50°C

进 样 体 积： 1 μL

洗 脱 方 式： 梯度洗脱，初始浓度为 B 相 95%，洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
2.00	Pumps	Pump B Conc.	100
4.00	Pumps	Pump B Conc.	100
4.10	Pumps	Pump B Conc.	950
10.00	Controller	Stop	

### 质谱条件

离 子 源： ESI+

脱 溶 剂 温 度： 500°C

雾 化 气 流 速： 3.0 L/min

DL 温 度： 250°C

加 热 气 流 速： 7.0 L/min

干 燥 气 流 速： 5.0 L/min

SIM 参 数： 见图 1

扫 描 模 式： Scan, SIM

## 1.3 质谱参数设置

LCMS-2050 优化了 LabSolutions 软件中质谱参数的设置，编辑质谱参数变得更加简单。支持直接输入化学式，选择需要的加合离子，软件可自动计算出加合后的分子量，简便了查阅相关化合物分子量的工作。

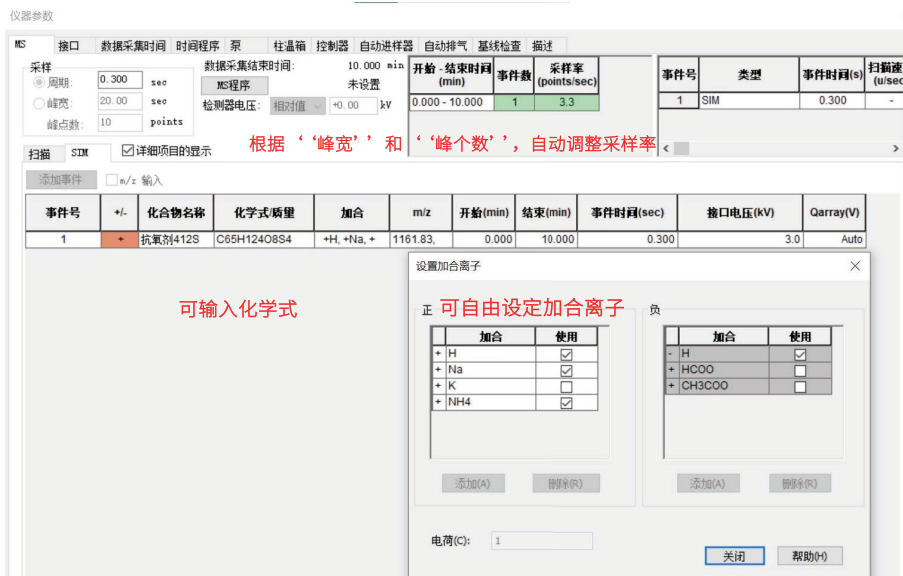


图 1 LabSolutions 质谱参数界面

## 1.4 样品前处理

校准溶液配制：称取适量抗氧化剂 412S，以稀释剂（异丙醇：甲苯 =3：1）配置成高浓度的储备液，并逐级稀释成浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1、5、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的校准工作溶液。

样品溶液配制：称取适量化工材料，剪碎成细小块状，置于圆底烧瓶内，加入适量甲苯回流提取，回流时间为 4 h。冷却，加入异丙醇，过滤，最后经旋转蒸发、浓缩、定容至 10 mL，待测。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 抗氧化剂 412S 定性分析

抗氧化剂 412S 的分子式为  $\text{C}_{65}\text{H}_{124}\text{O}_8\text{S}_4$ ，分子量为 1160.82。使用 Scan 模式采集，色谱图如图所示，412S 在 2.2 min 左右出峰。通过对质谱图 (ESI+) 分析可知，1161.83 为  $[\text{M}+\text{H}]^+$ ，1178.83 和 1183.77 分别为  $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$  和  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ ，可用 SIM 模式进行定量分析。

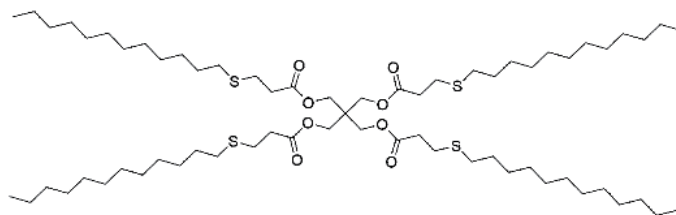


图 2 412S 结构式

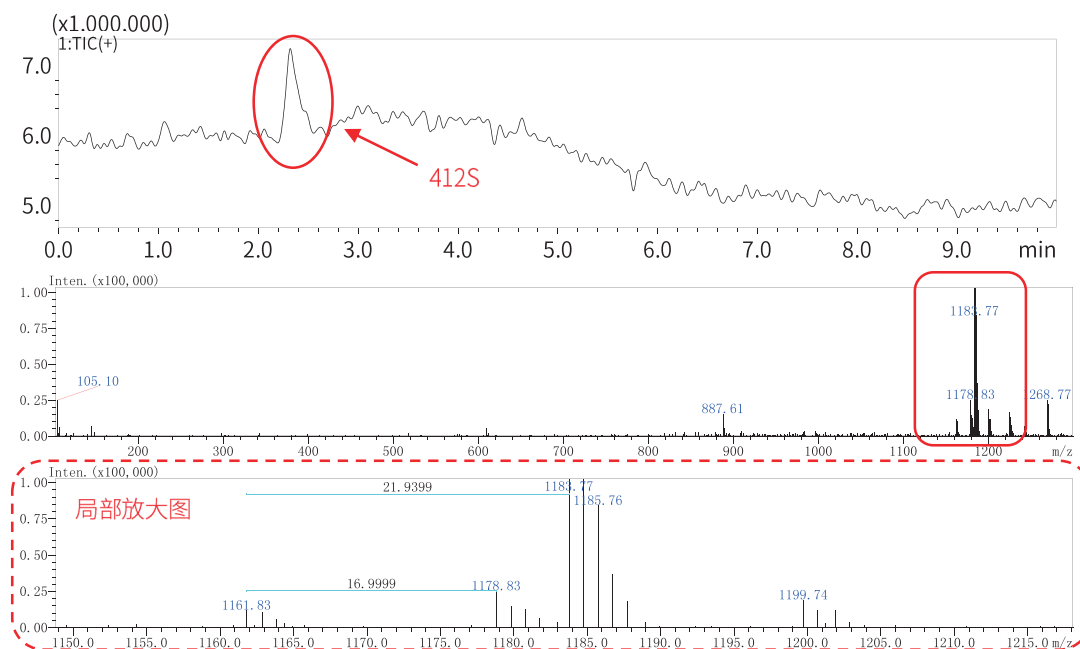


图 3 412S 色谱图 (ESI+) 及质谱图 (ESI+)

### 2.2 校准曲线

将上述抗氧化剂 412S 系列校准工作溶液按 1.2 中的分析条件进行测定，色谱图如图 4 所示， $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$  响应强度最高，作为定量离子。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 5 所示。在 0.05 ~ 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  线性范围内，线性方程为  $Y = (1.59554\text{e}+006)X + (9626.03)$ ，相关系数  $r = 0.9992$ ，准确度在 90.6~105.2% 之间。

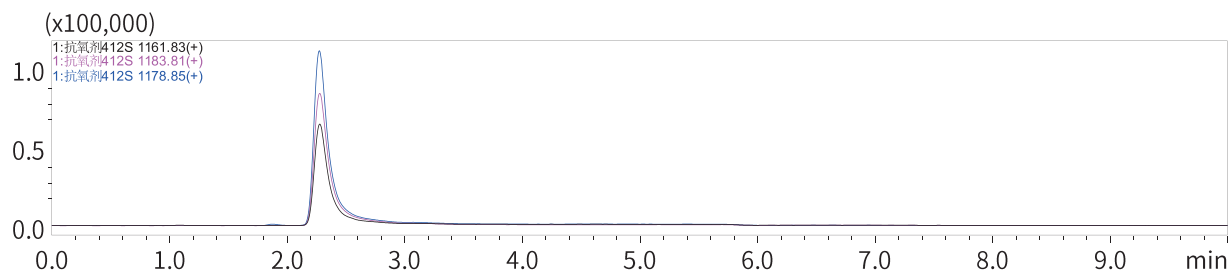


图4 412S 色谱图 (ESI+)

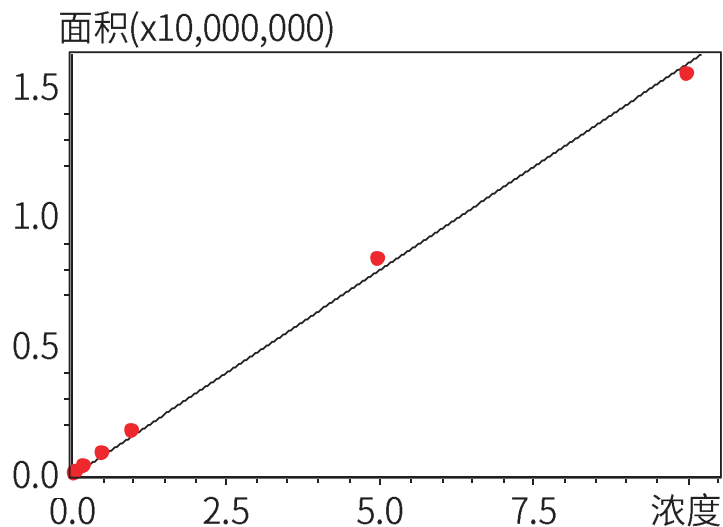


图5 412S 校准曲线

### 2.3 重复性实验

分别对 0.05  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$  和 5  $\mu\text{g/mL}$  的对照品溶液连续测定 6 次，考察仪器精密度。结果显示：412S 色谱峰保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.05% ~ 0.19% 和 0.84% ~ 1.99%，仪器精密度良好。

表2 412S 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

序号	0.05 $\mu\text{g/mL}$		0.5 $\mu\text{g/mL}$		5 $\mu\text{g/mL}$	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	2.270	78542	2.266	767384	2.265	7519877
2	2.272	77096	2.271	770301	2.266	7581113
3	2.275	77409	2.273	752339	2.264	7428250
4	2.271	76843	2.269	754511	2.264	7429477
5	2.278	74750	2.267	744119	2.266	7438755
6	2.280	74759	2.273	756025	2.265	7447105
RSD(%)	0.19	1.99	0.13	1.30	0.05	0.84

### 2.4 加标回收率

取实际样品 9 份按照 1.5 步骤进行前处理，分别加入浓度为 2.0  $\mu\text{g/mL}$ 、4.0  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液，按照 1.2 中的分析条件测定加标回收率，每种浓度平行测定 3 次。抗氧化剂 412S 的回收率在 96.80%~108.15% 之间，具体结果见表 3。

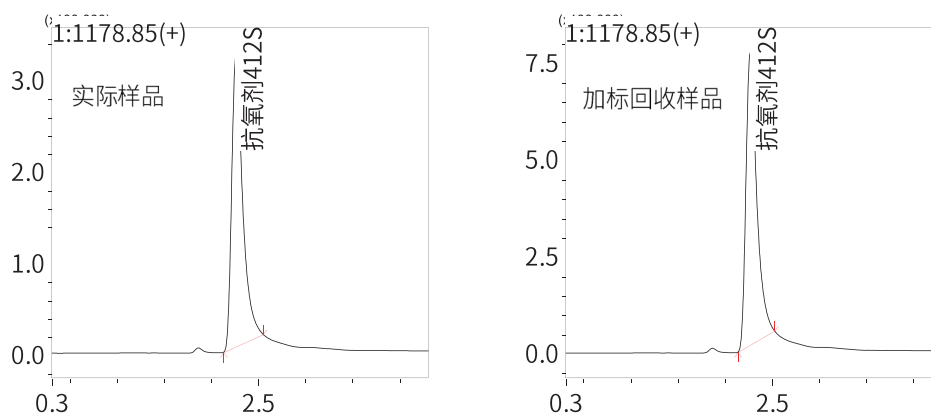


图 6 实际样品色谱图（左）和加标样品色谱图（右）

表 3 412S 回收率测试结果 (n=3)

序号	样品浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	2.0 $\mu\text{g/mL}$ 加标		4.0 $\mu\text{g/mL}$ 加标	
		实测值 ( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率 (%)	实测值 ( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率 (%)
1		3.766	107.85	5.531	98.05
2	1.609	3.772	108.15	5.506	97.43
3		3.770	108.05	5.481	96.80
平均值	1.609	3.769	108.02	5.506	97.43

## ■ 结论

本文建立了使用岛津超高效液相色谱单四极杆质谱联用仪 LCMS-2050 测定化工产品中抗氧化剂 412S 的方法。抗氧化剂 412S 在 0.05  $\mu\text{g/mL}$ ~10  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内线性关系良好，且精密度及不同浓度的加标回收率实验结果良好。该方法稳定性好、结果准确，可用于化工产品中的抗氧化剂 412S 的检测。

岛津应用云

