

SCIEX Triple Quad™ 4500 系统对四种对苯二胺类化合物及6ppd-醌的测定

Identification and Quantitation of Four P-phenylenediamines Compounds and 6ppd-quinone by SCIEX Triple Quad™ 4500 System

刘蓉¹, 黄毅², 孙小杰¹, 刘冰洁¹, 郭立海¹
Liu Rong¹, Huang Yi², Sun Xiaojie¹, Liu Bingjie¹, Guo Lihai¹

SCIEX Application Support Center, China¹
National Research Center for Geoanalysis²

关键词: 对苯二胺, 6ppd-醌, Triple Quad™ 4500

引言

对苯二胺 (P-Phenylenediamines, PPDs) 及其相关化学品已广泛应用于轮胎、皮带、软管和电缆等生产行业, 它们被认为是一组非常有效的化学抗氧化剂、抗弯曲开裂剂, 为保护橡胶及其产品免受热降解、分解提供了卓越的能力^[1]。由于橡胶制品的广泛使用, PPDs已在自然环境中存在几十年, 经过臭氧氧化产生PPD-醌。据报道, PPD-醌水中的半衰期至少是PPD的五倍, 对水生生物有强烈毒性, 95 ng/L就可使幼年大马哈鱼死亡^[2]。目前对苯二胺及其代谢物的常用检测方法有GC-MS法和HPLC法, 这两种方法的检出限较高, 假阳性干扰严重。本实验采用SCIEX Triple Quad™系统, 建立4种对苯二胺化合物和6ppd-醌检测方法, 具有简单、灵敏度高、准确性好等优点, 为公众和政府监管机构监管和检测这种新出现的环境污染物提供了有价值的手段。

本方法具有以下特点:

- 1、灵敏度高: 4种对苯二胺类及6ppd-醌化合物的定量限在0.01-0.5 µg/L。
- 2、定量功能优越: 拥有出色的系统重现性和稳定性, 线性各浓度点准确度均在80-120 %之间, 且r均大于0.996, 线性相关性良好, 定量准确。

实验方法

1. 液相条件

液相: SCIEX Exion LC™系统

分析柱及流动相条件: T3 (3.0×100 mm, 1.8 µm);

流速: 0.4 mL/min;

流动相A: 水 (0.1%甲酸); B: 甲醇, 梯度见表1。

柱温: 40 °C;

梯度洗脱条件:

表1. 流动相洗脱程序

时间 (min)	A %	B %
0	50	50
1	50	50
3	5	95
6	5	95
6.1	50	50
8	50	50

2. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 4500系统

离子源: ESI+

离子源参数:

雾化气GS1: 50 psi 气帘气: 35psi

辅助加热气GS2: 65 psi IS电压: 5000 V

源温度TEM: 550 °C 碰撞气CAD: 8

3. 实验结果

3.1 4种对苯二胺类化合物及6ppd-醌的典型色谱图 (见图1)

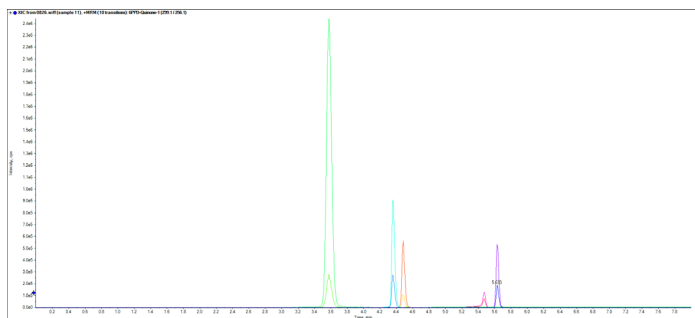


图1. 4种对苯二胺类化合物及6ppd-醌的典型色谱图

表2. 4种对苯二胺类化合物及6ppd-醌的质谱参数

化合物名称	英文名称	保留时间 RT, min	母离子	子离子	去簇电压 DP, V	碰撞能量 CE, v
N-(1,3-二甲基丁基)-N'-苯基对苯二胺	N-(1,3-Dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine	4.5	299.1	256.1	100	28
			299.1	241.1	100	40
N-异丙基-N'-苯基对苯二胺	N-Isopropyl-N'-phenyl-p-phenylenediamine	3.6	261.1	184.1	40	50
			261.1	183.1	40	50
N,N'-二苯基对苯二胺	N,N'-Diphenyl-p-phenylenediamine	5.5	269.2	184	80	32
			269.2	106.8	80	57
6PPD-醌	6PPD-Quinone	5.6	227.1	93	40	49
			227.1	107.1	40	54
N-环己基-N'-苯基-1,4-苯二胺	N-Cyclohexyl-N'-phenyl-1,4-benzenediamine	4.3	267.1	184.1	68	34
			267.1	92.9	68	44

3.2 标准曲线 (见图2)

采用空白溶剂加标, 配制系列标准曲线, 5种化合物线性关系良好, 见图2。

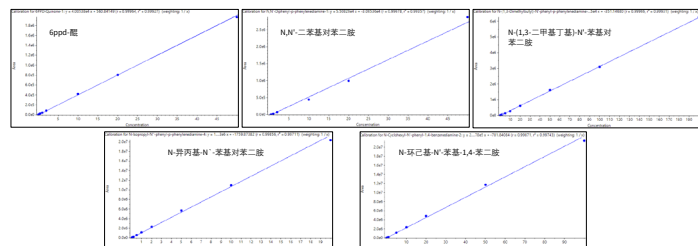


图2. 4种对苯二胺类化合物及6ppd-醌的线性关系曲线

3.3 重复性结果

针对本方法中涉及的5种化合物, 在0.5, 10, 50 µg/L三个浓度点的重复性试验, 所有化合物峰面积的相对标准偏差RSD在0.61-2.48之间, 方法及仪器的稳定性良好。

总结

本文采用高效液相色谱串联三重四极杆质谱建立了4种对苯二胺类及6ppd-醌的LC-MS/MS定量方法。该方法的灵敏度高，定量限可达到0.02 µg/L ~0.5 µg/L，满足日常检测限量需求；各化合物均具有良好线性关系；方法重现性好。

参考文献

- [1] Hu D , Cai Z , Wu P ,et al.New Evidence of Rubber-Derived Quinones in Water, Air, and Soil[J].Environmental Science And Technology, 2022, 56(7):4142-4150.DOI:10.1021/acs.est.1c07376.
- [2] Wang W , Cao G , Zhang J ,et al.Beyond Substituted p-Phenylenediamine Antioxidants: Prevalence of Their Quinone Derivatives in PM2.5[J].Environmental Science & Technology: ES&T, 2022.

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。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15767-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

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](#)