

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2535—93

照 相 化 学 品

增 感 染 料 含 量 的 测 定

反 相 高 效 液 相 色 谱 法

1993-09-06 发布

1994-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

增感染料含量的测定 反相高效液相色谱法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了反相高效液相色谱法测定增感染料含量的方法。

本标准适用于醇溶性、有紫外可见吸收的增感染料。

2 方法提要

称取样品、溶解，用微量注射器或定量进样阀将试样溶液注入色谱柱，进行层析分离，用指定波长的紫外—可见波长检测器检测，用面积归一化法或外标法计算增感染料的含量。

3 试剂

3.1 配制流动相的试剂

反相高效液相色谱法流动相常用甲醇、乙腈、冰乙酸等试剂配制。上述试剂其 254 nm 的吸光度一般不应超过 0.03 (1.0 cm 吸收池)，不应含有 0.5 μm 以上的固体微粒，配制流动相时最好使用液相色谱专用试剂，当用分析纯试剂时，应进行重新蒸馏，或用 0.5 μm 滤膜过滤。流动相使用前应进行脱气处理，常用的脱气方法有真空法、加热回流法、超声法和氮气法，可根据具体情况选用。

3.2 蒸馏水

高效液相色谱用水应是新鲜蒸馏的水，再经 0.5 μm 滤膜过滤。

3.3 标准样品

标准样品的主体含量不得低于 99.0%，用于外标法定量分析标准样品由化工部感光材料与照相化学品检测中心认定。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪

高效液相色谱仪通常由输液泵、进样器、检测器、微处理机等部件组成。

4.1.1 输液泵

一般为往复式柱塞泵，其流速在 0~10 mL/min 范围内可调，流速稳定性优于 ±1%，最高输出压力一般不低于 250 kg/cm。

4.1.2 进样器

一般为六通阀进样器。

4.1.3 检测器

可调紫外—可见波长检测器。可变波长检测器的波长设定精度 (±2 nm) 和波长重现性 (±1 nm) 应该良好。

4.1.4 微处理机

应具有记录并处理色谱图谱的功能。

4.2 色谱柱

用于增感染料含量分析的仪器要配备碳十八色谱，或其他合适的色谱柱。色谱柱材质一般为不锈钢，填料粒径一般为 $5\ \mu\text{m}$ 或 $10\ \mu\text{m}$ ，柱长一般为 250 mm 或 150 mm，内径一般为 3.9 mm，4.6 mm 或 5 mm，柱效应满足增感染料分析的需要。

4.3 一般实验室仪器

4.3.1 微量注射器：容量为 $10\ \mu\text{L}$ ，最小刻度为 $0.1\ \mu\text{L}$ 。

4.3.2 分析天平：感量为 0.01 mg。

4.3.3 容量瓶：容量为 25 mL。

5 色谱操作条件

色谱操作条件主要由色谱柱、流动相、检测波长、检测灵敏度、流速、柱温、记录纸速和记录仪灵敏度等八个因素组成。所选择的色谱条件应该使增感染料样品中所有组分完全分离，主成分的色谱保留时间为 5~20 min，总的洗脱时间不超过 30 min。在满足上述要求的基础上，尽量选用通用性强的色谱柱和试剂组成相对简单并易得易处理的流动相，尽可能地简化操作。常用增感染料的色谱操作条件见表 1。

表 1 常用增感染料色谱操作条件

| 操作条件 \ 样品名称 | SG-03 | SB-16 | SB-02 | SR-03 |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| 色谱柱 | ODS | ODS | ODS | ODS |
| 流动相 (甲醇:水; V/V) | — | 95:5 | 95:5 | 95:5 |
| 检测波长 (nm) | 254 | 254 | 254 | 254 |
| 检测灵敏度 (AUFS) | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 |
| 流速 (mL/min) | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 0.7 |
| 柱温 (°C) | 室温 | 室温 | 室温 | 室温 |
| 记录纸速 (mm/min) | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 记录器灵敏度 (mV 满刻度) | 1 | 1 | 1 | 1 |

对不同的液相色谱仪和不同生产厂的色谱柱，上述参数可作适当调整，以获取适宜的色谱分离度。

常用增感染料的对照样品色谱图见图 1、图 2、图 3、图 4。