

ICS 37.040.30
G 84
备案号:20524—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2414—2007

代替 HG/T 2414—93

照相化学品 成色剂含量的测定 反相高效液相色谱法

Photographic chemicals

The method for the determination of the color couples
Reversed phase high performance liquid chromatography

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是对 HG/T 2414—93《照相化学品 成色剂含量的测定 反相高效液相色谱法》的修订。自本标准发布之日起,代替 HG/T 2414—93。

与 HG/T 2414—93 标准相比,本标准在内容上主要发生以下变化:

——封面增加了标准名称的英文。

——将原标准中第 3、4 章的要求进行了修订。

——将原标准中的样品名称进行了修订。

——取消了原标准第 5 章中 COC-1、COC-2、COM-1、COY-2 的色谱操作条件及标准中其相关内容,增加了 I-01、PM-01、PM-02 的色谱操作条件及其相关内容。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国感光材料标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位:乐凯(沈阳)科技产业有限责任公司。

本标准主要起草人:李秋、李秀萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——HG/T 2414—93。

照相化学品

成色剂含量的测定 反相高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了反相高效液相色谱法测定成色剂含量的方法。

本标准适用于醇溶性的,有紫外吸收的成色剂。

2 方法提要

样品经称量,溶解,用微量注射器或定量进样阀将样品溶液注入 ODS 色谱柱(或 C8、TMS 色谱柱)内,进行分离,用 254 nm 或其他指定波长紫外检测器检测,用面积归一法或外标法计算成色剂的含量。

3 试剂及标准品

3.1 甲醇:色谱纯,经 0.45 μm 的滤膜过滤。

3.2 冰乙酸:分析纯。

3.3 水:新鲜的二次蒸馏水,经 0.45 μm 的滤膜过滤。

3.4 标准样品:色谱法主体含量不得低于 99.0 % 的高纯成色剂样品,用于外标法定量分析。标准样品由化学工业影像材料及照相化学品质量监督检验中心测试认定。

3.5 对照样品:由相关成色剂及其杂质,或相关成色剂及其难分离中间体配制。用于鉴定分离该成色剂的色谱柱是否满足分离要求。对照样品由化学工业影像材料及照相化学品质量监督检验中心测试认定。

4 仪器及装置

4.1 一般实验室仪器。

4.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

4.3 过滤装置(配有 0.45 μm 的有机及水相滤膜)。

4.4 高效液相色谱仪(配有紫外可见光检测器)。

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、柱温等几个因素组成。所选择的色谱操作条件应该使成色剂样品中所有组分完全分离。主成分的色谱保留时间为 5min~20min。总的洗脱时间为 30min 左右。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处理的流动相,以便尽可能简化操作。

常用成色剂的色谱分析操作条件见表 1、表 2。

表 1 常用成色剂色谱分析用的流动相

样品名称	流动相的组成(体积比)
Y-01	甲醇:水=92:8
P-01	甲醇(含有 0.1 %冰乙酸):水=88:12
P-02	甲醇(含有 0.1 %冰乙酸):水(含有 0.1 %冰乙酸)=93:7
I-01	甲醇(0.1 %冰乙酸):水=94:6
PM-01	甲醇(含有 0.1 %冰乙酸):水=90:10
PM-02	甲醇(含有 0.1 %冰乙酸):水(含有 0.1 %冰乙酸)=98:2

表2 常用成色剂的其他色谱分析操作条件

操作条件	样品名称					
	Y-01	P-01	P-02	I-01	PM-01	PM-02
色谱柱	ODS					
检测波长/nm	254					
检测灵敏度/AUFS	0.08	0.04	0.08	0.02	0.02	0.04
流速/(mL/min)	1.0					
柱温	室温					

对不同的高效液相色谱仪及不同生产厂的 ODS 色谱柱,上述各参数可做适当调整,以获取适宜的色谱分离度。

常用成色剂的样品色谱图见图 1、图 2、图 3、图 4、图 5、图 6。

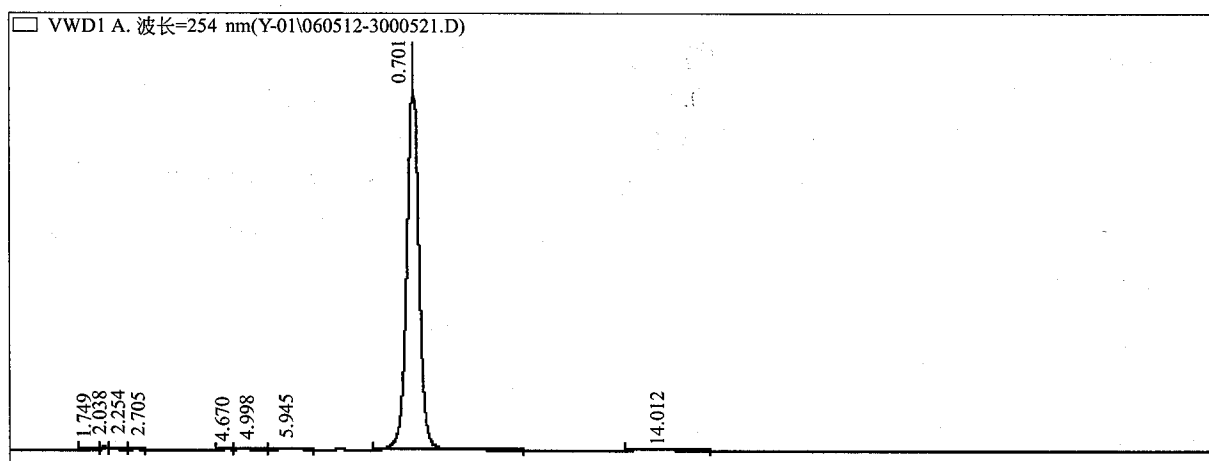


图1 Y-01 液相色谱图

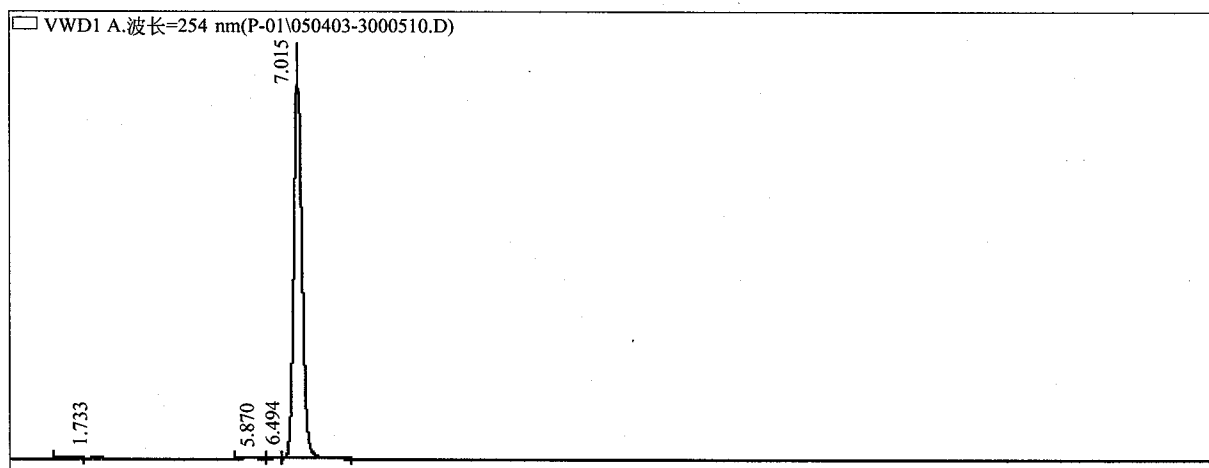


图2 P-01 液相色谱图

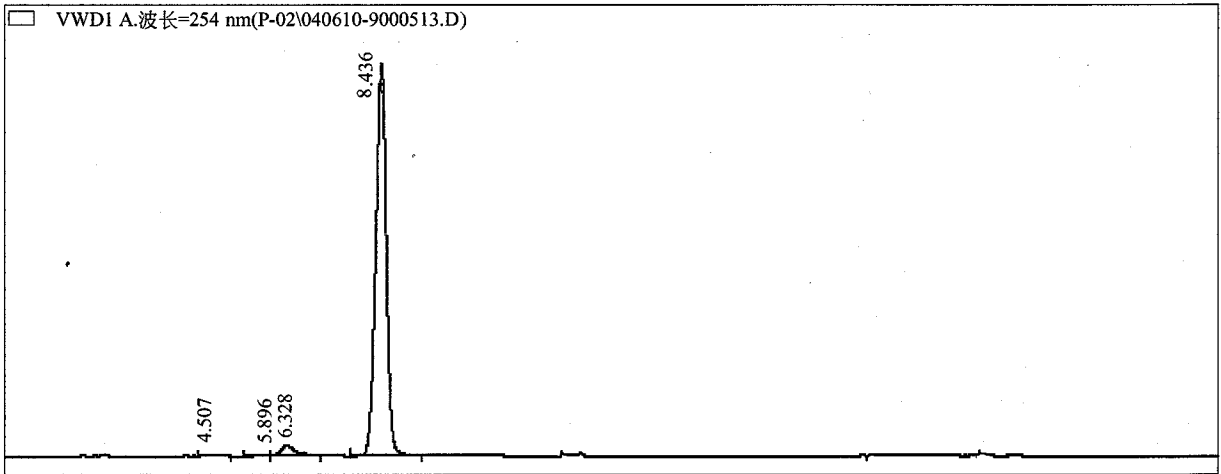


图 3 P-02 液相色谱图

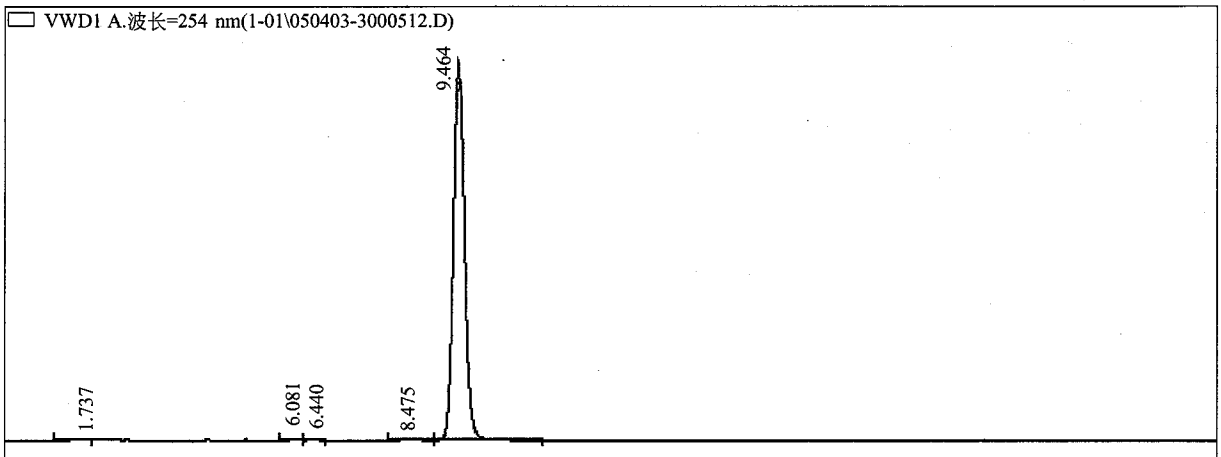


图 4 I-01 液相色谱图

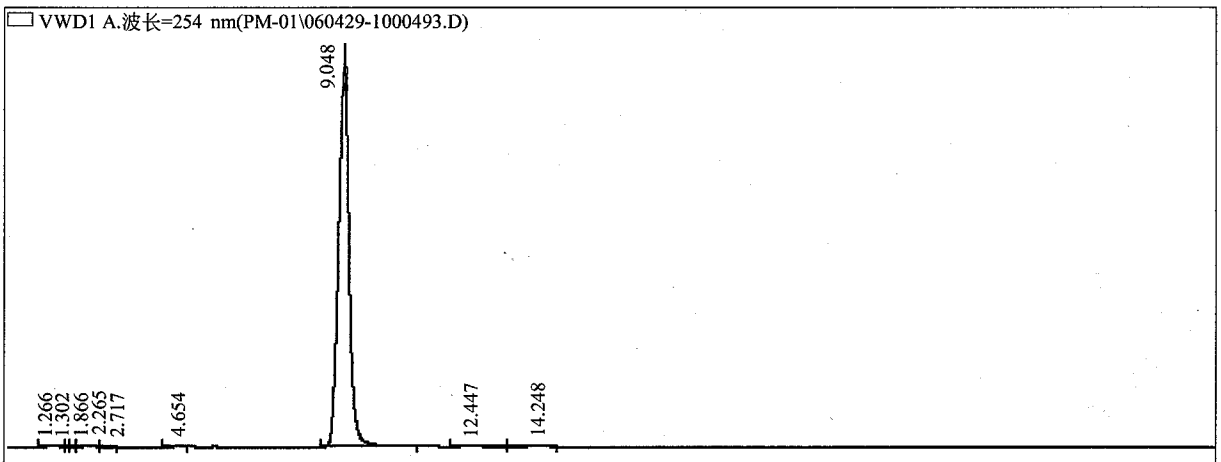


图 5 PM-01 色谱图

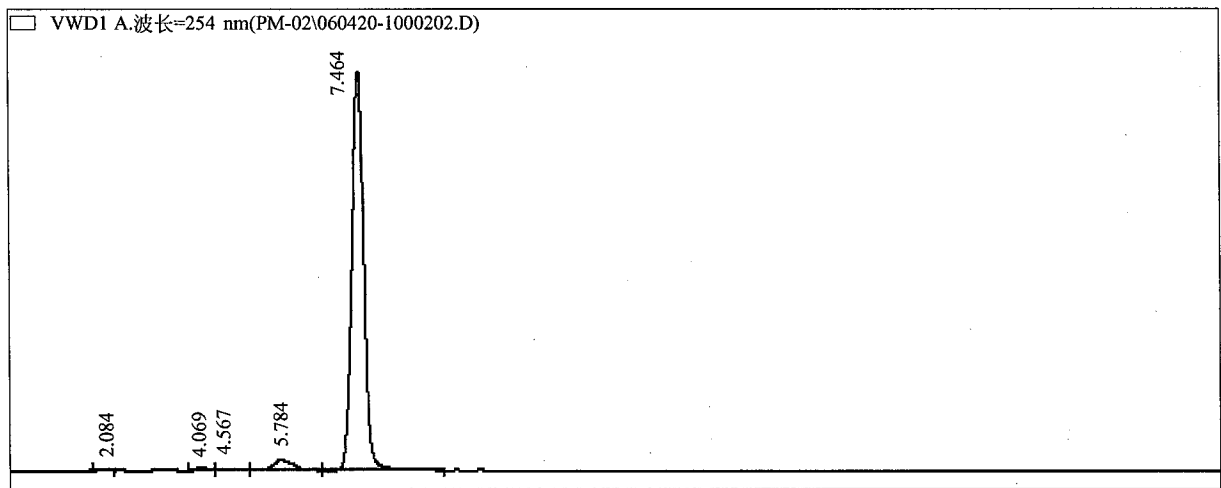


图 6 PM-02 色谱图

6 测定步骤

一般采用面积归一法,当含量测定值低于 90 %,或对其测定结果有疑义时,则用外标法进行仲裁分析。

本试验规定的样品(包括标准样品)称样量由样品溶液的进样量、色谱柱负荷、杂质峰检测限、检测灵敏度、微处理机衰减度共同确定。本试验规定的称样量是在灵敏度较高,衰减较小的情况下确定。称样量可以根据不同型号色谱仪做适当调整。

6.1 面积归一法

6.1.1 样品溶液的配制

称取规定量样品,精确至 0.1 mg,用 10 mL 经 0.45 μm 的滤膜过滤的甲醇定容,混匀。
常用成色剂样品称样量见表 3。

表 3 常用成色剂样品的称样量

样品名称	Y-01	P-01	P-02	I-01	PM-01	PM-02
称样量/mg	10	6	5	10	6	10

6.1.2 测定

根据被测样品所要求的色谱操作条件调试高效液相色谱仪,并使其稳定。注入规定量被测样品溶液进行色谱分离,得色谱图。

常用成色剂样品溶液的进样量见表 4。

表 4 常用成色剂样品溶液进样量

样品名称	Y-01	P-01	P-02	I-01	PM-01	PM-02
进样量/μL	6	6	4	10	5	6

6.1.3 允许差

本方法平行测定两次,结果取两次测定的平均值。两次测定的结果差值不应大于 1.0 %。

6.2 外标法

6.2.1 标准溶液的配制

称取规定量成色剂标准样品,精确至 0.1 mg,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解,并稀释至刻度,混匀。该标准溶液应现用现配。

常用成色剂标准样品的称样量见表 5。

表 5 常用成色剂标准样品的称样量

样品名称	Y-01	P-01	P-02	I-01	PM-01	PM-02
称样量/mg	24	8	10	25	15	20

6.2.2 样品溶液的配制

按 6.2.1 规定的称样量和配制方法配制样品溶液。

6.2.3 测定

根据被测样品所要求的色谱操作条件调试高效液相色谱仪,并使其稳定。依次分别注入规定量被测成色剂的标准溶液、样品溶液、样品溶液和标准溶液进行测定,得各自色谱图。

常用成色剂样品溶液(包括相应标准溶液)的进样量见表 6。

表 6 常用成色剂样品溶液(包括相应标准溶液)的进样量

样品名称	Y-01	P-01	P-02	I-01	PM-01	PM-02
进样量/ μL	20	20	20	20	20	20

6.2.4 结果计算

成色剂含量(X_1)按下式计算

$$X_1 = \frac{A_2 m_1 p}{A_1 m_2}$$

式中:

X_1 ——被测样品中成色剂的百分含量,单位为百分数(%);

A_1 ——两次被测成色剂标准溶液主峰面积的平均值;

A_2 ——两次被测样品溶液主峰面积的平均值;

m_1 ——被测成色剂标准样品质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——被测样品的质量,单位为毫克(mg);

p ——被测成色剂标准样品的含量,单位为百分数(%)。

6.2.5 允许差

本方法平行测定两次,结果取两次测定的平均值。两次测定的结果差值不应大于 1.5 %。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 有关样品的全部资料:批号、日期、时间及地点、试验使用仪器型号。
- b) 分析结果和表示方法。
- c) 在测定中观察到的异常现象。
- d) 任何不包括在本标准中的操作或自由选择的试验条件。