



# 液相色谱测定花菁类染料

## No.LC-025

**摘要：**通过分析条件的选择和二极管阵列检测器峰纯度检查的确认，对未知花菁类染料的分析条件进行了摸索，确定了合适的柱子和流动相条件分离此类样品。用此条件分离的某一实际样品，三种主要的花菁类染料的面积百分比含量分别为40.08%，33.04%和25.01%。

**关键词：**HPLC分析 花菁类染料

花菁类染料是目前广泛用于CD-R的有机一次记录材料，这类染料的分子内部含有由甲川基(CH)<sub>n</sub>组成的共轭链，n可为奇数或偶数。共轭链两端或链中间连有杂环、芳环化合物、环烯化合物等与共轭链组成一个大的共轭体系，分子内部的氢可被一定数目的各类取代基取代。

花菁类染料种类繁多，准确测定组分构成对控制产品的质量有重要的意义。但目前，花菁类染料还没有比较成熟的色谱分离条件，也没有相应的标准品提供。本文根据花菁类染料的以上结构特点，尝试了使用反相色谱，在pH=3的缓冲液和乙腈作为流动相的基础下，考察流动相的配比改变和柱子的改变对其分离的影响。并选择了最佳条件对实际样品进行了定量。

### ■ 仪器配置

LC-20ADvp × 1(流动相输液泵)，SIL-20AC(自动进样器)，CTO-20AC(柱温箱)，SPD-20AV(紫外可见检测器)，CBM-20A(系统控制器)，LCsolution(色谱工作站)。

### ■ 分析条件

流动相:磷酸盐缓冲液 (pH=3.0) :ACN=45: 55

流速: 1.0ml/min

进样体积: 10 μL

色谱柱: ODS柱 4.6 × 250mm 5 μm

柱温: 30℃

检测器: SPD-M20A

样品前处理: 取花菁类染料1ml，用乙腈定容于100mL容量瓶中，过滤后直接进样。

### ■ 分析结果:

1. 主要成分的确定 (乙腈含量70%，15cm的ODS分析柱) :

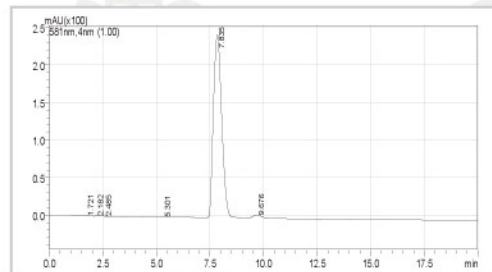


图1.条件1下的色谱图

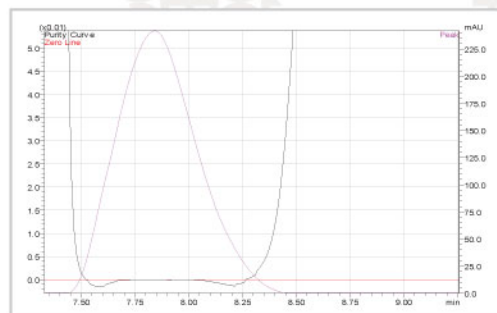


图2.保留时间在10.575min处的峰的峰纯度曲线及纯度指数

经短柱和70%乙腈的流动相分析后，得到谱图1和纯度曲线图2。可确定10.575min的峰为花菁类染料的主成分。根据峰纯度检查结果，相似度较差，说明该峰可能是多个成分的混合峰。

## 2、减少流动相的强度，提高分离度

条件1：流动相中乙腈含量减少为65%，谱图结果见图3；

条件2：流动相中乙腈含量减少为60%，谱图结果见图4；

从谱图3、4与1的对比上看，减少流动相的强度，可改善分离度。

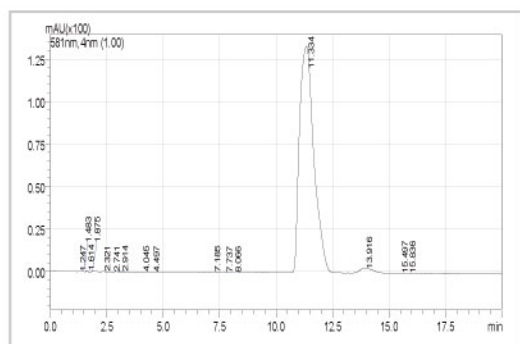


图3.条件1的色谱图

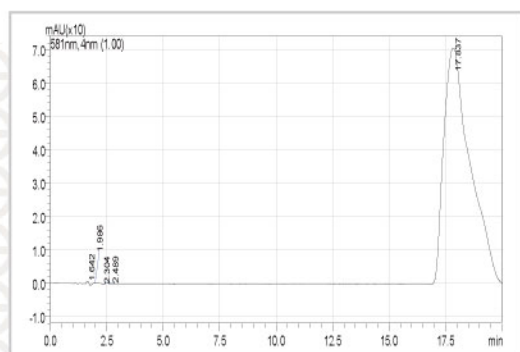


图4.条件2的色谱图

## 3. 提高理论塔板数，改善分离

(1) 使用25cm的分析柱，流动相中乙腈含量使用60%，谱图结果见图6。

### ■ 结论：

经实际样品证明，以pH=3的磷酸盐缓冲液和乙腈作为流动相，可通过配比的改变和柱子的选择，实现花菁类染料的良好分离。但使用等梯度洗脱，时间过长，使用梯度洗脱可以适当减少分离时间。

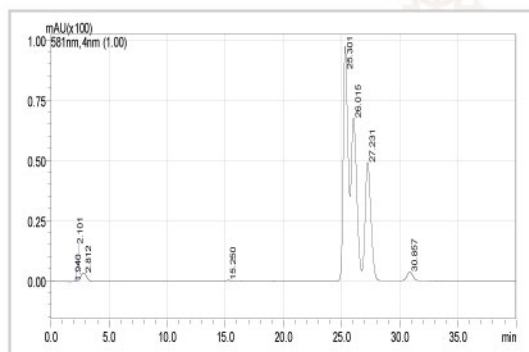


图5.25cm分析柱，60%乙腈的色谱图

(2) 使用25cm的分析柱，流动相中乙腈含量使用55%，谱图结果见图6，峰纯度曲线见图7，面积百分比定量结果和主要峰的纯度指数见表1。

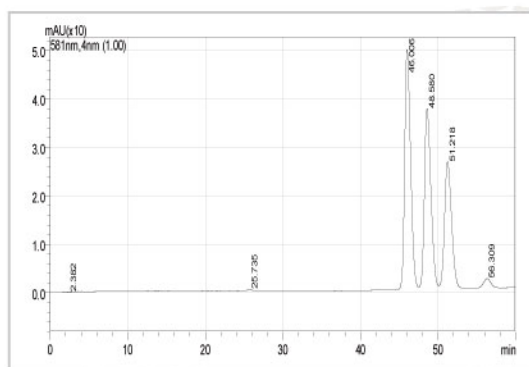


图6.25cm分析柱，55%乙腈的色谱图

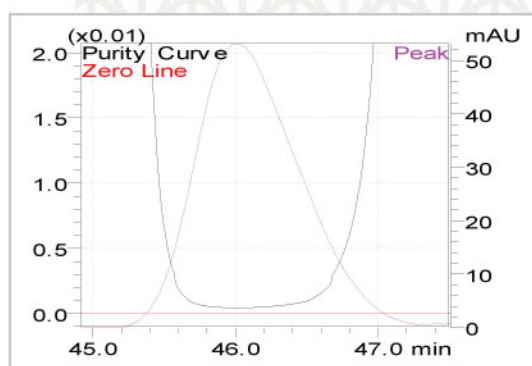


图7.46.01min处峰的纯度曲线