



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30921.1—2014

GB/T 30921.1—2014

## 工业用精对苯二甲酸(PTA)试验方法 第1部分:对羧基苯甲醛(4-CBA)和 对甲基苯甲酸(*p*-TOL)含量的测定

Test method of purified terephthalic acid (PTA) for industrial use—  
Part 1: Determination of concentrations of 4-carboxybenzaldehyde (4-CBA)  
and *p*-toluic acid (*p*-TOL)

中华人民共和国  
国家标准  
工业用精对苯二甲酸(PTA)试验方法  
第1部分:对羧基苯甲醛(4-CBA)和  
对甲基苯甲酸(*p*-TOL)含量的测定  
GB/T 30921.1—2014

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字  
2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-50373 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30921.1—2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## A.3 测定步骤

按照 3.6.2 或 4.6.2 步骤,分别测定上述 5 个加标标准溶液中 4-CBA 和 *p*-TOL 的峰高值或峰面积值,每个样品重复测定两次以上,取其峰高或峰面积的平均值。

## A.4 计算

以加入的 4-CBA 或 *p*-TOL 标样含量( $w_i$ )为纵坐标,以峰高值或峰面积值( $H_i$ )为横坐标,绘制标准曲线,标准曲线的回归方程见式(A.1):

$$w = a + bH \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$w$  ——加入的 4-CBA 或 *p*-TOL 含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$a$  ——标准曲线的截距;

$b$  ——标准曲线的斜率;

$H$  ——测定的 4-CBA 或 *p*-TOL 的峰高值或峰面积值。

斜率  $b$  按式(A.2)求得:

$$b = \frac{\sum w_i H_i - \frac{1}{n} \cdot (\sum w_i) (\sum H_i)}{\sum H_i^2 - \frac{1}{n} \cdot (\sum H_i)^2} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$w_i$  ——加入的 4-CBA 或 *p*-TOL 标样的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$H_i$  ——测定的 4-CBA 或 *p*-TOL 的峰高值或峰面积值;

$n$  ——配制的加标标准溶液的个数。

截距  $a$  按式(A.3)求得:

$$a = \bar{w} - b\bar{H} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$\bar{w}$  —— $w_i$  的平均值;

$\bar{H}$  —— $H_i$  的平均值。

标准曲线的相关系数的平方( $R^2$ )不得小于 0.99,否则需要重新标定。相关系数按式(A.4)求得:

$$R = b \sqrt{\frac{\sum (H_i - \bar{H})^2}{\sum (w_i - \bar{w})^2}} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

PTA 样品中 4-CBA 或 *p*-TOL 的含量即为( $-a$ )。

## 前 言

GB/T 30921《工业用精对苯二甲酸(PTA)试验方法》分为如下几部分:

——第 1 部分:对羧基苯甲醛(4-CBA)和对甲基苯甲酸(*p*-TOL)含量的测定;

——第 2 部分:金属含量的测定;

——第 3 部分:水含量的测定 卡尔·费休容量法;

——第 4 部分:钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法;

——第 5 部分:酸值的测定;

——第 6 部分:粒度分布的测定 激光衍射法;

——第 7 部分: $b^*$  值的测定 色差计法。

本部分为 GB/T 30921 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本部分起草单位:中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本部分主要起草人:彭振磊、郭一丹、张育红、庄海青、王川。

表 3 分析方法的重复性限( $r$ )

单位为毫克每千克

化合物含量范围	液相色谱法	毛细管电泳法
4-CBA 含量 $w_i$		
$2 \leq w_i \leq 10$	1	1
$10 < w_i \leq 25$	2	2
$p$ -TOL 含量 $w_i$		
$50 \leq w_i \leq 100$	5	5
$100 < w_i \leq 250$	10	10

## 6.2 再现性

在不同的实验室,由不同操作者操作不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试所获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 4 列出的再现性限( $R$ ),以大于再现性限( $R$ )的情况不超过 5%为前提。

表 4 分析方法的再现性限( $R$ )

单位为毫克每千克

化合物含量范围	液相色谱法	毛细管电泳法
4-CBA 含量 $w_i$		
$2 \leq w_i \leq 10$	2	2.5
$10 < w_i \leq 25$	5	5
$p$ -TOL 含量 $w_i$		
$50 \leq w_i \leq 100$	10	15
$100 < w_i \leq 250$	20	30

## 7 报告

报告应包括以下内容:

- 有关试样的全部资料,例如样品名称、批号、采样日期、采样地点、采样时间等;
- 本部分编号;
- 分析结果;
- 测定过程中所观察到的任何异常现象的细节及其说明;
- 分析人员姓名,分析日期。

# 工业用精对苯二甲酸(PTA)试验方法

## 第 1 部分:对羧基苯甲醛(4-CBA)和对甲基苯甲酸( $p$ -TOL)含量的测定

### 1 范围

GB/T 30921 的本部分规定了测定工业用精对苯二甲酸(PTA)中对羧基苯甲醛(4-CBA)和对甲基苯甲酸( $p$ -TOL)含量的高效液相色谱法和高效毛细管电泳法。

本部分规定的高效液相色谱法适用于 4-CBA 和  $p$ -TOL 的含量分别在 2 mg/kg 和 10 mg/kg 以上的精对苯二甲酸试样的测定;高效毛细管电泳法适用于 4-CBA 和  $p$ -TOL 的含量分别在 1 mg/kg 和 5 mg/kg 以上的精对苯二甲酸试样的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 高效液相色谱法

#### 3.1 方法原理

在本部分规定的条件下,将适量溶解于氨水溶液中的 PTA 试样注入到高效液相色谱仪中,采用阴离子交换色谱柱,以乙腈(或甲醇)-磷酸盐水溶液为流动相,或采用十八烷基化学键合型色谱柱,以乙腈-磷酸水溶液为流动相,对试样中的 4-CBA 和  $p$ -TOL 进行分离,用紫外检测器进行检测,外标法定量。

#### 3.2 试剂与材料

3.2.1 磷酸二氢铵:分析纯。

3.2.2 甲醇:高效液相色谱(HPLC)级。

3.2.3 乙腈:高效液相色谱(HPLC)级。

3.2.4 磷酸:分析纯。

3.2.5 氨水:分析纯。

3.2.6 水:符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

3.2.7 磷酸溶液:以磷酸和水配制成体积比为 1:4 的溶液。

3.2.8 氨水溶液:以浓氨水和水配制成体积比为 1:1 的溶液。

3.2.9 微孔滤膜:0.22  $\mu\text{m}$ 。