

# SH

## 中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1612.7—95

---

### 工业用精对苯二甲酸中对羧基苯甲醛 和对甲基苯甲酸含量的测定 高效液相色谱法

1995-03-29 发布

1995-10-01 实施

---

中国石油化工总公司 发布

# 中华人民共和国石油化工行业标准

## 工业用精对苯二甲酸中对羧基苯甲醛 和对甲基苯甲酸含量的测定 高效液相色谱法

SH/T 1612.7—95

### 1 主题内容和适用范围

本标准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。

本标准适用于工业用PTA中4-CBA和*p*-TOL的含量分别在3 mg/kg和10 mg/kg以上的试样。

### 2 引用标准

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

### 3 方法提要

先将试样溶解于氨水溶液中,调节试样溶液的pH值为6~7,然后进行高效液相色谱分析。色谱柱为阴离子交换键合固定相,流动相为磷酸盐缓冲溶液,用紫外检测器进行检测,并以外标法进行定量。

### 4 试剂和溶液

4.1 磷酸二氢铵。

4.2 氨水溶液:1+1溶液。

4.3 磷酸溶液:1+1溶液。

4.4 乙腈,HPLC级。

4.5 甲醇,HPLC级。

4.6 二次蒸馏水。

4.7 PTA标准样品,见附录A。

4.8 流动相溶液:

称取一定量的磷酸二氢铵〔配制浓度为 $c(\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4)=0.15\text{ mol/L}$ 时,称取17.25 g;配制浓度为 $c(\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4)=0.30\text{ mol/L}$ 时,称取34.50 g〕,溶于850 mL水(4.6)中,滴加磷酸溶液(4.3),调节pH至4.3,转移至1 000 mL容量瓶中,再加入100 mL乙腈(或甲醇),混匀,再用水稀释至刻度。使用前需经微孔滤膜真空过滤(5.1.6)并进行脱气。

### 5 仪器

#### 5.1 高效液相色谱仪

所用的高效液相色谱仪应符合下列要求,且对浓度为3 mg/kg的4-CBA所产生的峰高应为噪声水平的五倍。

仪器的典型要求如下:

中国石油化工总公司1995-03-29批准

1995-10-01实施

- 5.1.1 输液泵,为高压平流泵,其流量范围一般为 0.1~9.9 mL/min,工作压力一般为 0~40 MPa,压力脉动应 $\leq\pm 1\%$ 。
- 5.1.2 进样装置,为高效液相色谱用微量高压旋转型阀,配置 20~50  $\mu\text{L}$  样品定量管。
- 5.1.3 检测器,紫外(UV)检测器,使用波长为 254 nm。
- 5.1.4 记录装置,积分仪或色谱数据处理机。
- 5.1.5 高效液相色谱用微量注射器,容积 50~100  $\mu\text{L}$ ,供将试样注入样品定量管用。
- 5.1.6 真空过滤器,配用孔径为 0.22  $\mu\text{m}$  或 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜。
- 5.1.7 色谱柱,推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1,其典型色谱图见图 1 和图 2。使用者可视具体情况自行选择和调整,能达到同等分离的其他色谱柱也可使用。
- 5.1.8 预柱,安装在输液泵与进样阀之间,为不锈钢材质,其内径一般为 4~10 mm,柱长一般为 50~100 mm,填料与分析柱相同或与其配套的亲水化学键合型硅胶,粒径一般为 10~20  $\mu\text{m}$ 。

表 1 色谱柱及典型操作条件

色谱柱	强碱性阴离子交换柱	弱碱性阴离子交换柱
填料	季铵基化学键合型硅胶 如:Spherisorb SAX	叔胺基化学键合型硅胶 如:Shim-pack WAX
粒径	10 $\mu\text{m}$	5 $\mu\text{m}$
柱管材质	不锈钢	
柱长	250 mm	150mm
内径	4~5 mm	
流动相	0.15 mol/L $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 水溶液 (pH=4.3): 乙腈=9:1	0.3 mol/L $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 水溶液 (pH=4.3): 乙腈=9:1
流量	1.0~1.5 mL/min	
检测器	UV 254 nm	
进样量	20~50 $\mu\text{L}$	
柱温	25~40 $^{\circ}\text{C}$	