

对苯二甲酸分析报告

赵倩

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 将溶于氨水溶液中的 PTA 试样注入到高效液相色谱中, 采用阴离子交换色谱柱, 以乙腈-磷酸盐水溶液为流动相, 对试样中的对醛基苯甲酸和对甲基苯甲酸进行分离, 用紫外检测器检测, 外标法定量。

关键词: 液相色谱法; 醛基苯甲酸; 甲基苯甲酸; 苯二甲酸

1 检测方法

参考 GBT30921.1-2014 工业用精对苯二甲酸 (PTA) 试验方法

2 试剂和材料

2.1 试剂

- 1) 乙腈: 色谱纯
- 2) 水: 纯净水
- 3) 磷酸二氢铵: 分析纯
- 4) 磷酸: HPLC 专用
- 5) 氨水: 分析纯
- 6) 磷酸溶液: 磷酸和水配成体积比为 1: 4 的溶液
- 7) 氨水溶液: 浓氨水和水配成体积比为 1: 1 的溶液
- 8) 对醛基苯甲酸: 纯度大于 98.0% (质量分数)
- 9) 对甲基苯甲酸: 纯度大于 98.0% (质量分数)

2.2 材料与仪器

- 1) 液相色谱仪: LC5090 液相色谱仪 (含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器)
- 2) 分析天平: 感量 0.0001 g
- 3) 微孔滤膜: 0.45 μ m

3 标准品和样品的制备

3.1 标准品制备

1) 对醛基苯甲酸(4-CBA)标准溶液

称取 0.025g(精确至 0.0001)4-CBA 于 25mL 烧杯中,加入适量水,滴入数滴氨水溶液(4.1.7),搅拌使其完全溶解,然后滴加磷酸溶液(4.1.6),调节 pH 至 6~7,移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。得到浓度为 500mg/L 的标准溶液,再用水稀释 50 倍,得到浓度为 10mg/L 的 4-CBA 标准溶液。

2) 对甲基苯甲酸(p-TOL)标准溶液

称取 0.020g(精确至 0.0001) p-TOL 于 25mL 烧杯中,按 5.1.1 相同步骤配制,得到浓度为 400mg/L 的标准溶液,再用水稀释 5 倍,得到浓度为 80mg/L 的 p-TOL 标准溶液。

3.2 样品制备

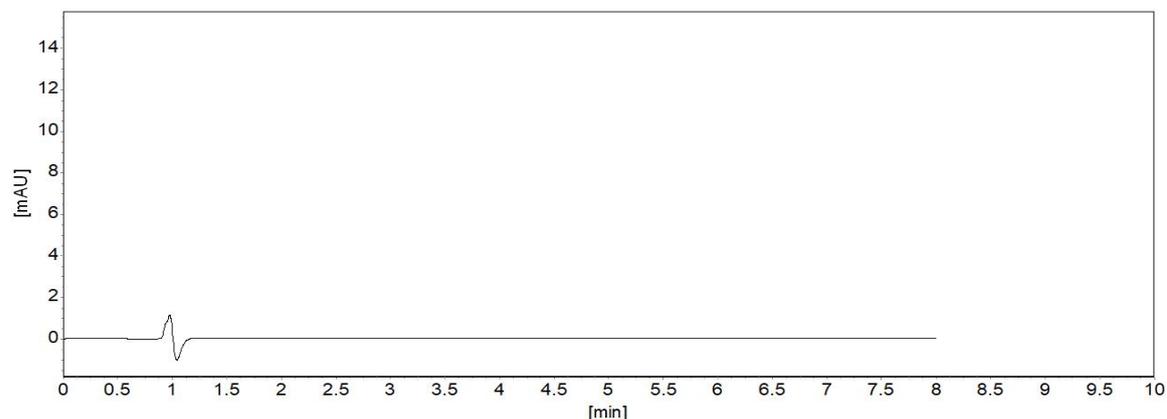
称取 0.5g(精确至 0.0001) PTA 样品于 25mL 烧杯中,加入 3mL 氨水溶液(4.1.7),再加入水至约 10mL,搅拌使其完全溶解,然后滴加磷酸溶液(4.1.6),调节 pH 至 6~7,移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,使用前过滤。

4 仪器条件

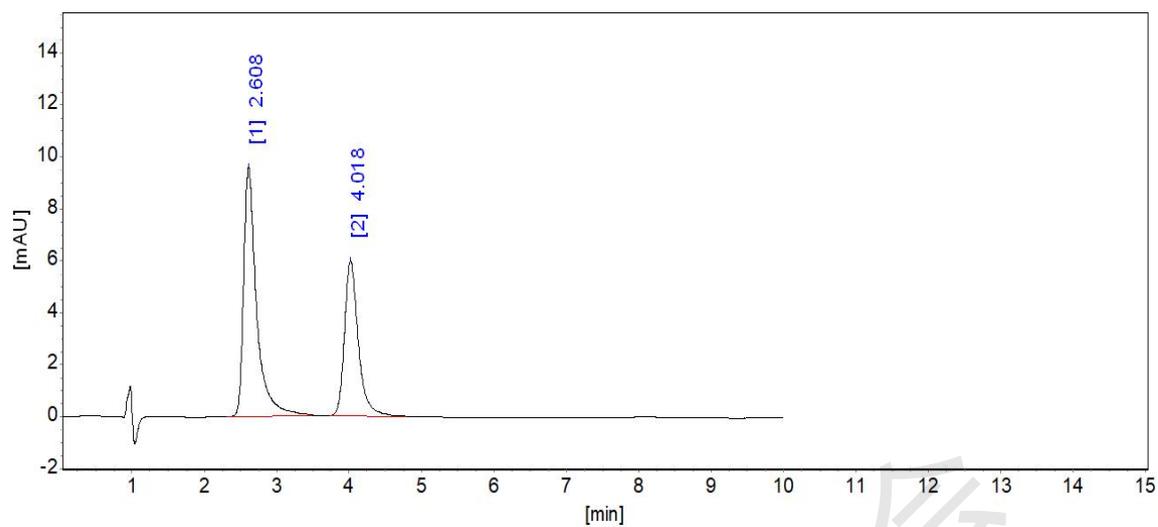
- 1) 色谱柱: 阴离子交换柱, Shi-pack WAX-1, 柱长 50 mm, 内径 4.0 mm, 粒径 3 μ m
- 2) 流动相: 以甲醇: 0.1mol/L 磷酸铵水溶液(用磷酸溶液调节 pH 值至 4.3): 乙腈=95: 5
- 3) 流速: 1.0 mL/min
- 4) 检测器: UV 254nm
- 5) 柱温: 30°C
- 6) 进样量: 10 μ L

5 分析结果

5.1 试剂空白



5.2 4-CBA 和p-TOL 标准溶液典型谱图及结果

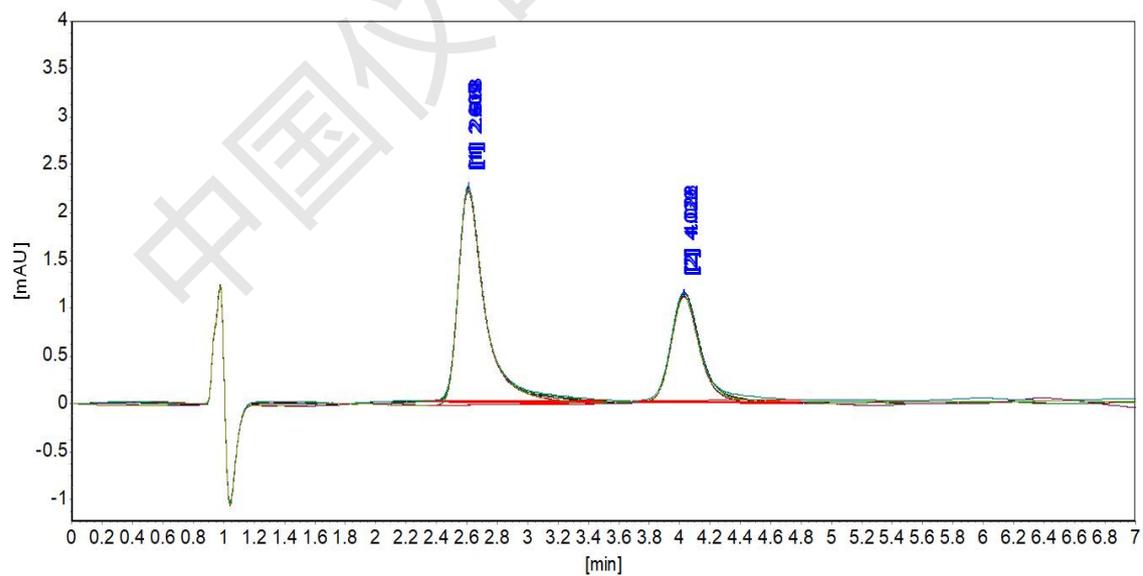


名称	t/min	峰面积/uAU*s	峰高 /uAU	拖尾因子	理论塔板
对醛基苯甲酸	2.608	118526.8	9582.1	1.812	1338
对甲基苯甲酸	4.018	78939.5	5971.9	1.358	2448

1、对醛基苯甲酸

2、对甲基苯甲酸

5.3 6 针重复性谱图及结果



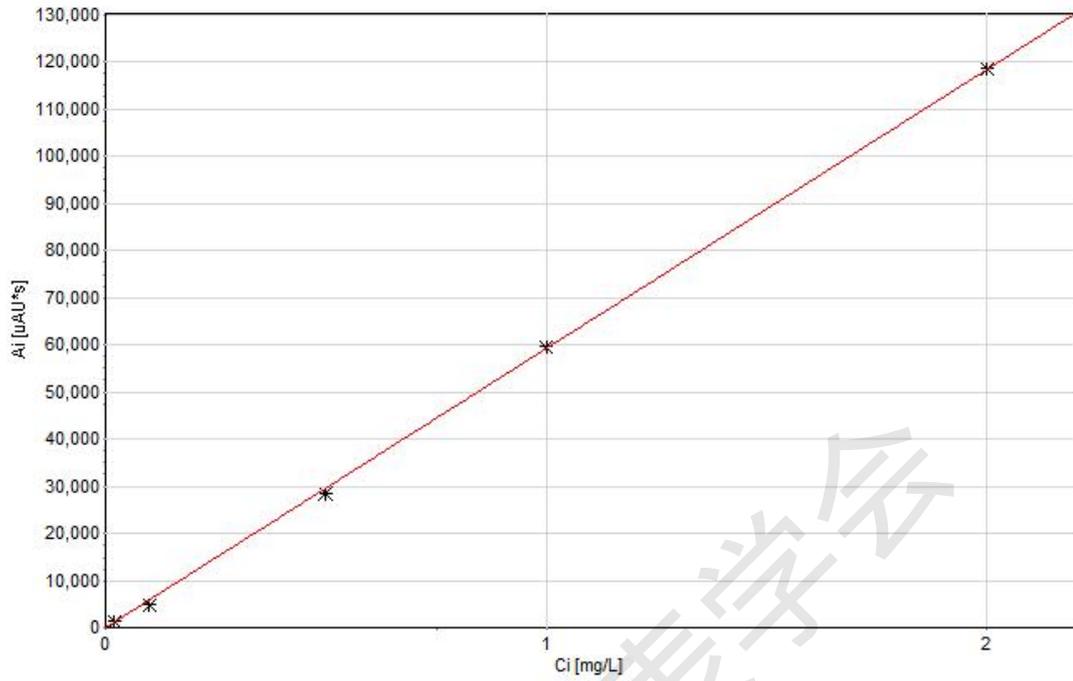
名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU
对醛基苯甲酸	1	2.611	28148.4	2248.9
	2	2.609	28104.1	2250.8
	3	2.607	27341.6	2215.8
	4	2.610	28027.0	2249.4
	5	2.609	28075.4	2231.3
	6	2.608	28029.4	2244.8
平均值		2.609	27954.3	2240.2
RSD%		0.052	1.086	0.621
对甲基苯甲酸	1	4.032	15450.8	1144.7
	2	4.032	14500.5	1093.9
	3	4.028	15476.0	1118.4
	4	4.028	15647.3	1146.2
	5	4.029	14449.8	1105.8
	6	4.026	15572.7	1128.1
平均值		4.029	15182.8	1122.9
RSD%		0.060	3.641	1.868

5.4 标准曲线方程及相关系数

将一系列不同浓度的 4-CBA 和 p-TOL 标准溶液 10 μ L, 进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标, 以含量为横坐标, 绘制标准曲线。

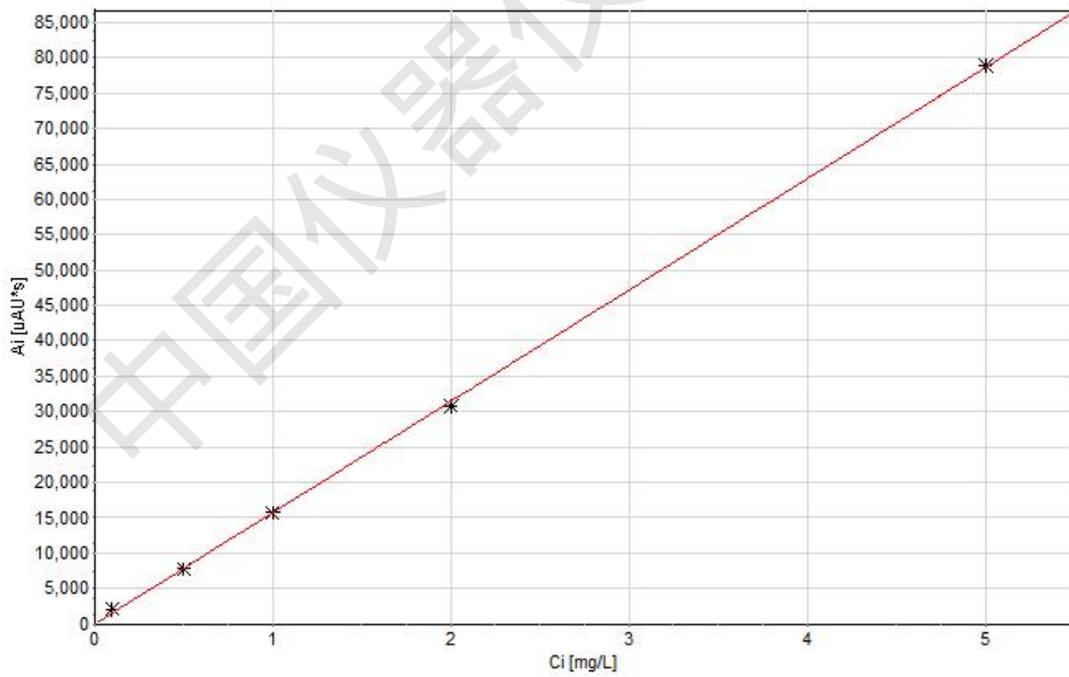
组分[对羟基苯甲酸]: 曲线方程: $C_i = 1.6893E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0, f_1=1.6893E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99973$



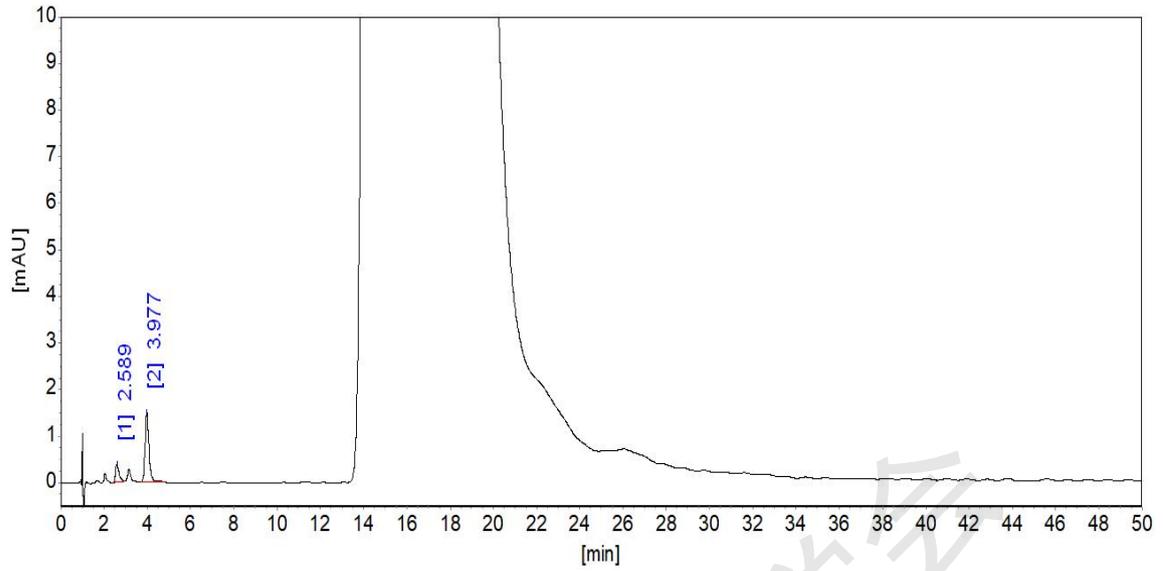
组分[对甲基苯甲酸]: 曲线方程: $C_i = 6.3566E-005 * A_i$

校正因子: $f_0=0, f_1=6.3566E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99980$



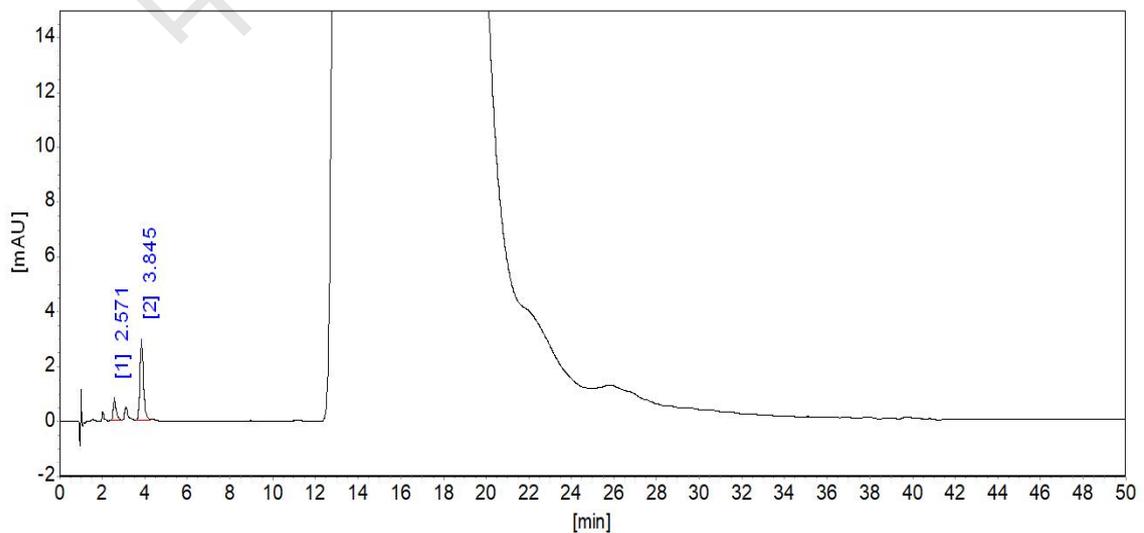
5.5 PTA 样品谱图及结果

1) PTA 样品 1 谱图及 3 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU	含量 mg/kg	平均含量 mg/kg
对醛基 苯甲酸	1	2.589	4363.9	379.7	7.37	7.23
	2	2.593	4179.6	374.5	7.06	
对甲基 苯甲酸	1	3.983	18353.8	1466.4	116.67	118.78
	2	3.988	19228.0	1478.0	122.22	
	3	3.977	18475.7	1482.9	117.44	

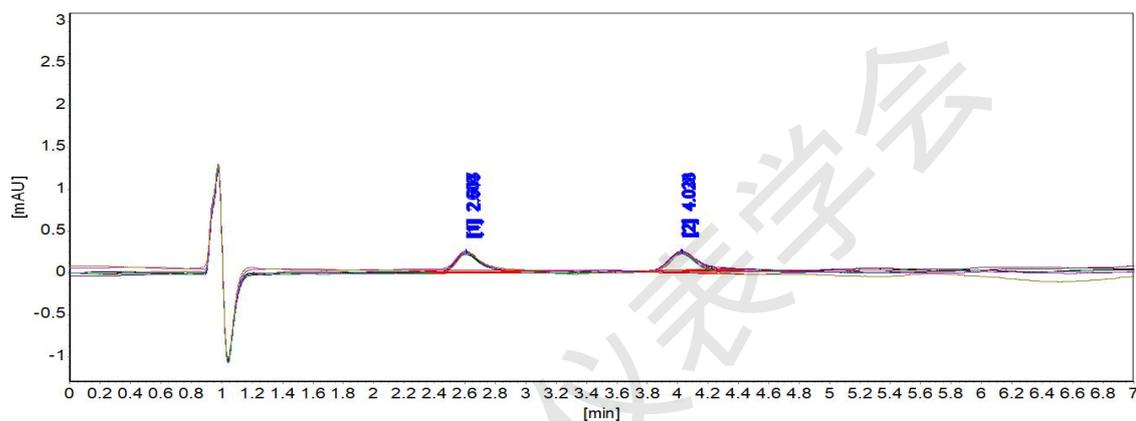
2) PTA 样品 2 谱图及 3 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU	含量 mg/kg	平均含量 mg/kg
对醛基 苯甲酸	1	2.566	7765.7	706.2	13.12	12.93
	2	2.567	7659.0	700.5	12.94	
	3	2.571	7656.7	694.7	12.93	
对甲基 苯甲酸	1	3.845	32928.7	2818.3	209.31	209.31
	2	3.838	34330.7	2911.0	218.23	
	3	3.834	33573.1	2869.1	213.41	

5.6 检出限

1) 4-CBA 标准溶液 (0.05mg/L)和p-TOL 标准溶液 (0.2mg/L)七针重复性谱图



名称	序	t/min	峰面积	峰高	含量/
对醛基苯甲 酸	1	2.613	2906.5	226.3	0.0488
	2	2.607	2857.9	239.7	0.0480
	3	2.604	2718.7	219.5	0.0456
	4	2.605	3017.1	245.3	0.0506
	5	2.603	2724.6	234.8	0.0457
	6	2.605	2838.7	222.5	0.0476
	7	2.608	2741.4	226.3	0.0460
平均值		2.606	2829.3	3.901	0.0475
RSD%		0.129	3.900	3.208	3.901
对甲基苯甲 酸	1	4.036	3108.8	233.3	0.1948
	2	4.030	2994.2	224.8	0.1876
	3	4.021	3140.0	237.8	0.1967
	4	4.029	2893.9	219.8	0.1813
	5	4.028	2939.5	226.5	0.1842
	6	4.027	2913.9	225.7	0.1826
	7	4.028	2956.5	227.8	0.1852
平均值		4.028	2992.4	228.0	0.1875
RSD%		0.110	3.208	2.590	3.208

2) 4-CBA 检出限结果

以取样 0.50g 计，本方法 4-CBA 的检出限如下表所示：

组分名	含量 [μg/mL]	检出限 [mg/kg]						
对醛基 苯甲酸	0.0488	0.0480	0.0456	0.0506	0.0457	0.0476	0.0460	0.583

3) p-TOL 检出限结果

以取样 0.50g 计，本方法 p-TOL 的检出限如下表所示：

组分名	含量 [μg/mL]	检出限 [mg/kg]						
对甲基 苯甲酸	0.1948	0.1876	0.1967	0.1813	0.1842	0.1826	0.1852	1.888