

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