

利用毛细管电泳仪同时测定对 羧基苯甲醛和对甲基苯甲酸

马志芳 黄兰萍 薛月霞

(仪征化纤股份有限公司化工厂, 江苏仪征, 211900)

摘要:报道了毛细管电泳仪同时测定对苯二甲酸中的对羧基苯甲醛和对甲基苯甲酸杂质含量的方法。该方法采用 254 nm 紫外检测及低紫外吸收的电解液进行分离检测。实验证明, 该方法简单快速, 重现性好, 灵敏度高。

关键词: 对羧基苯甲醛 对甲基苯甲酸 毛细管电泳仪 对苯二甲酸

对羧基苯甲醛(4-CBA)和对甲基苯甲酸(p-TOL)是PTA生产中存在的主要杂质,其含量的测定无论对对苯二甲酸(PTA)生产过程的质量控制还是对聚酯生产及产品都有着重要的意义。目前国内一般采用极谱法或高效液相色谱法,但这两种方法分析时间长,而且存在安全和环保问题,不能进行大量快速的分析。近年来毛细管电泳仪发展迅速,已由生物蛋白、无机离子的分析扩展到化工生产领域,已经越来越受到人们的重视,利用毛细管电泳仪测定4-CBA和p-TOL已有初步研究。本文参考了国外的经验,利用毛细管电泳仪同时测定PTA和4-CBA和p-TOL,结果表明在10 min内能取得较好的分离且灵敏度高,准确度高,重复性好。

1 基本工作原理

当样品溶液通过重力进样法进入毛细管的一端后,仪器便在毛细管两端施加高电压,在电力场的作用下,样品中的各组分在充满电解液的毛细管中向检测器方向发生迁移,根据各组分在同等条件下迁移速率的不同,从而达到分离的目的(见图1)。



作者简介:

马志芳, 29岁, 助理工程师, 毕业于青岛化工学院应用化学系。

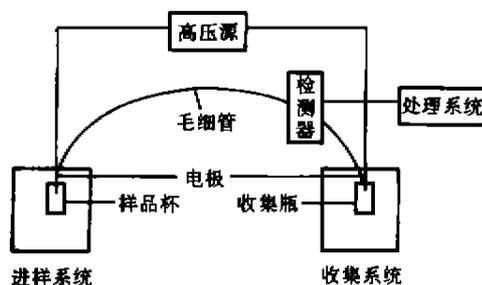


图1 毛细管电泳仪基本工作原理图

2 实验部分

2.1 仪器

WATERS 毛细管电泳仪(CIA), 100 μm (ID) 熔融石英毛细管, 254 nm 滤光片, 0~30 kV 负电源。

2.2 试剂

正己烷磺酸钠(HPLC级, 英国BDH生产), 正庚烷磺酸钠(HPLC级, 英国BDH生产), 十六烷基三甲基氯化铵(25%水溶液, 瑞典FLUKA化学公司), LiOH(99%, 英国BDH生产), 氨水(试剂级), 4-CBA > 98%, p-TOL > 98%。

2.3 操作条件

毛细管: 100 μm \times 75 cm 熔融石英毛细管; 电解液: (4 g 正己烷磺酸钠 + 2 g 正庚烷磺酸钠 + 30 mL 0.15% CCS)/L; pH = 10.8 \pm 1.0; 工作电压: 22

kV(负电源);温度:30℃;检测器:254 nm 紫外检测;进样,重力进样 30 s。

2.4 标准溶液的制备及样品的处理

准确称取 0.0250 g 4-CBA 溶于 50 mL 5% 的稀氨水中,配制成 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液,将此溶液精确配制成浓度为 10.0, 20.0, 30.0, 40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列;准确称取 0.020 g p-TOL 溶于 50 mL 5% 的稀氨水中,配制成 400 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液,将此溶液精确配制成浓度为 60.0, 120.0, 180.0, 240.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列;准确称取 1.000 g PTA 样品按以上步骤配制成待测溶液。

3 结果与讨论

3.1 峰高与浓度的线性关系

峰高与浓度的线性关系见表 1 和图 2、图 3。峰高的衰减为 8。

表 1 峰高与浓度的线性关系

4-CBA		p-TOL	
浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	峰高	浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	峰高
0	0	0	0
10	622	80	676
20	1 280	160	1 344
30	1 980	240	2 080
40	2 735	320	2 704

3.2 精密度和重复性的试验

取标准系列中的一种浓度(4-CBA 取 20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、p-TOL 取 120.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)的溶液,连续测定 5 次,得到的峰高相对标准偏差分别为 2.8% 和 2.1%,表明本法有较高的精密度;将上述溶液连续测定 5 天,得到的峰高相对标准偏差分别为 5.9% 和 5.1%,说明本法具有较高的重复性。

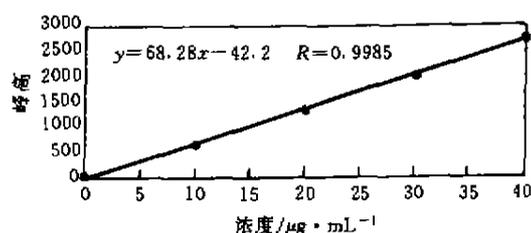


图 2 4-CBA 标准曲线图

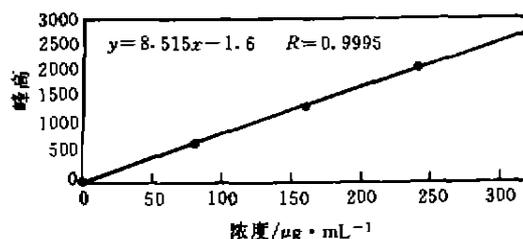


图 3 p-TOL 标准曲线图

3.3 回收率的试验

利用标准加入法测得 4-CBA 和 p-TOL 的回收率分别大于 94% 和 90%,说明本法具有较高的准确度。

4 结论

a. 本方法能快速、准确、简便地测定 PTA 中的 4-CBA 和 p-TOL,测定结果具有较高的准确度和精密度。

b. 本方法已经在实践中得到应用,完全能够指导生产、控制质量。

5 参考文献

- 1 石油化工. 1994(23), 6. 393~395

DETERMINATION OF 4-CARBOXYBENZALDEHYDE AND TOLUIC ACID IN PURIFIED TEREPHTHALIC ACID BY CAPILLARY ELECTROPHORESIS

Ma Zhifang Huang Lanping Xue Yuexia

(Chemical Plant of Yizheng Chemical Fibre Co., Ltd.)

ABSTRACT

This paper reports a novel simple rapid and accurate method for determination of 4-Carboxybenzaldehyde (4-CBA) and Toluic acid (p-TOL) in Purified Terephthalic acid by Capillary Electrophoresis. The method uses 254 nm UV absorbance detection and low UV absorbance electrode.

Keywords: 4-carboxybenzaldehyde; toluic acid; purified terephthalic; capillary electrophoresis