

文章编号: 1006-3080(2005) 06-0715-03

用液相色谱法分析聚对苯二甲酸丁二醇酯的解聚产物

黄 婕^{1*}, 刘 霞², 蔡敏芝², 齐文杰¹, 朱子彬¹

(1. 华东理工大学化工工艺研究所, 上海 200237; 2. 华东理工大学化学工程研究所)

摘要: 采用超临界甲醇解聚的方法, 将聚对苯二甲酸 丁二醇酯(PBT)降解为对苯二甲酸二甲酯(DMT)和 丁二醇两种单体。利用液相色谱法分析产物 DMT, 建立了较好的分析方法。其实验操作条件如下: 色谱柱为 Diamonsil C18, 流动相为甲醇-水(3:1, V/V), 检测波长 254 nm。测定结果为 DMT 含量在 0.005 ~ 0.25 μg , 线性关系良好。该方法具有高色谱分辨率、简单、准确、重复性好等特点。

关键词: 液相色谱法; 解聚; 聚对苯二甲酸 丁二醇酯; 对苯二甲酸二甲酯
中图分类号: T Q014 **文献标识码:** A

Analysis of Depolymerization Product of Polybutylene Terephthalate by Liquid Chromatography

H U A N G J i e^{1*}, L I U X i a², C A I M i n-z h i², Q I W e n-j i e¹, Z H U Z i-b i n¹

(1. Research Institute of Chemical Technology, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China; 2. Research Institute of Chemical Engineering, East China University of Science and Technology)

Abstract: An accurate method for the DMT (dimethyl terephthalate) content on depolymerization of PBT (polybutylene terephthalate) was studied by means of high performance liquid chromatography on Diamonsil C18 (250 mm \times 4.6 mm) with methanol and water (3:1, V/V) as mobile phase. The calibration curve of DMT was liner in the range of 0.005 ~ 0.25 μg ($n=5$), $r=0.9999$ and $RSD=1.25\%$. The determination limit of DMT content was 0.005 μg .

Key words: liquid chromatography; depolymerization; polybutylene terephthalate; dimethyl terephthalate

作为一种综合性能优良的新型工程塑料, 聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)工程塑料及其各种合金在全球范围内已经广泛用于电子电气、汽车、机械及民用等各个领域, 塑料工业的发展, 带来塑料制品的普遍使用, 伴随而来的是其废旧制品的剧增。目前国内解聚聚对苯二甲酸乙二酯(PET)^[1-3]及其成分分析^[4-5]的报道较多, 关于 PBT 的解聚相关报道较

少。本文采用超临界甲醇解聚的方式, 将 PBT 降解为对苯二甲酸二甲酯(DMT)和丁二醇两种单体, 并用液相色谱法分析超临界甲醇解聚 PBT 的产物 DMT, 建立了较好的分析方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: Shimadzu LC-6A 高效液相色谱仪, Shimadzu SPD-6A 紫外可见检测器, Shimadzu CR3A 数据处理机。

E-mail: jieh@ecust.edu.cn

收稿日期: 2004-12-27

作者简介: 黄 婕(1964-), 女, 在职博士, 副教授, 研究方向: 超临界流体降解聚酯。

2.4 重现性实验

称取 0.500 0 g 降解固体残留物, 同一试样称取 5 份, 分别按供试品溶液制备方法制备, 外标两点法测定。测得供试品固体中 DMT 质量的平均值为 0.004 91 g, RSD 为 1.0%。见表 3。

表 3 重现性实验结果

Table 3 Recurring experiment result

Number	Mass of DMT in solid sample/g
1	0.004 95
2	0.004 88
3	0.004 91
4	0.004 84
5	0.004 96

2.5 样品的测定

降解所得液相产物样品用流动相稀释并定容, 外标两点法定量;

精密称取降解所得固相残留物样品 0.005 0 g, 用流动相溶解并定容, 外标两点法定量。结果见表 4。图 1 为对照品溶液和样品溶液的色谱图。

表 4 样品分析结果

Table 4 The analysis result of sample

Reaction time/ min	Mass of DMT in solid sample/g	Purity of DMT in solid production(%)
25	0.003 91	78.25
40	0.004 58	91.70
60	0.004 91	98.33
90	0.004 75	95.02

表 4 列出了工艺开发过程中 290 ℃, *m*(甲醇)
m(PBT) = 10 : 1 条件下, 反应时间分别为 25、40、60、90 min 时, 解聚 PBT 聚合物的 4 个典型产品的分析结果。结果表明, 超临界甲醇降解 PBT 聚合物,

在固相中可得到纯度相当高的 DMT 降解产物。反应时间是获得高纯度 DMT 的关键因素之一。

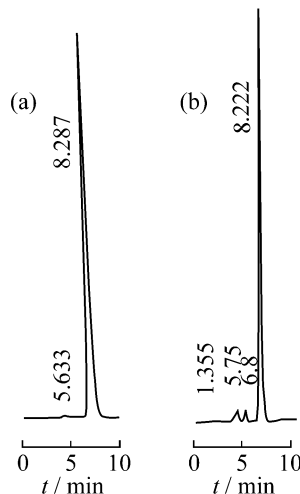


图 1 对照品溶液的色谱图

Fig. 1 HPLC of sample solution

a—Contrast solution; b—Sample solution

参考文献:

[1] 李宝瑛, 李增和, 贺光庆. 利用废弃聚酯(PET)制备对苯二甲酸二甲酯(DMT)[J]. 北京化工学院学报, 1991, 18(1): 72-76.

[2] Kim B K, Hwang G C. Depolymerization of polyethyleneterephthalate in supercritical Methanol [J]. Journal of Applied Polymer Science, 2001, 81(9): 2 102-2 108.

[3] 王汉夫, 孙 辉, 郑玉斌, 等. PET 在超临界甲醇和乙醇中的降解[J]. 吉林大学学报(自然科学版), 2000, (4): 79-82.

[4] 杨 勇, 张昌鸣, 徐元源, 等. 反相高效液相色谱法分析超临界甲醇解聚聚对苯二甲酸乙二醇酯的产物[J]. 分析化学, 2001, 29(6): 676-678.

[5] 王怀功, 张富刚. 气相色谱法分析 PET 中的 DEG[J]. 聚酯工业, 2000, 13(4): 24-26.