

中华人民共和国石油化工行业标准



## 对苯二甲酸二甲酯结晶点测定法

SH/T 1481—92

Dimethyl terephthalate—Determination  
of crystallizing point

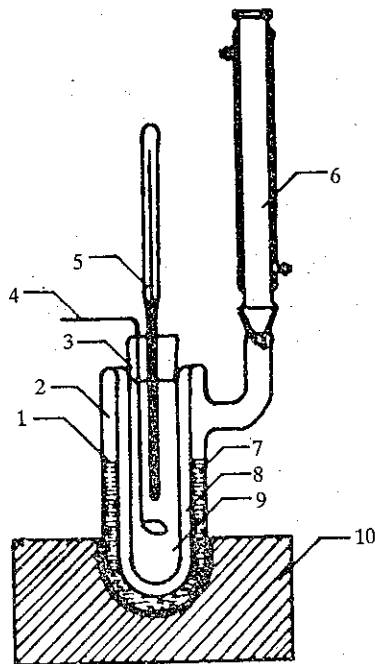
20002095

### 主题内容与适用范围

本标准规定了对苯二甲酸二甲酯结晶点测定步骤和分析结果的计算。  
本方法适用于测定高纯度对苯二甲酸二甲酯的结晶点。

### 仪器

2.1 冷却浴：为一环状容器，内盛有冷却介质（二甲苯）并带有冷凝器（见附录 A）。该容器的内径约 60mm，外径约 80mm，有效深度约 170mm。二甲苯的液面高度约 130mm（见下图）。



对苯二甲酸二甲酯结晶点测定装置

1—冷却介质高度约 130 mm；2—冷却浴；3—软木塞；4—搅拌器；  
5—温度计，139~145℃，分度值 0.01℃；6—冷凝器；7—冷却介质  
（二甲苯）；8—空气夹套；9—试样容器；10—电加热套

2.2 温度计：范围 139~145℃，分度值 0.01℃。

- 2.3 试样容器：耐热玻璃试管，管口有翻边，试管外径约 35mm，内径约 32mm，长 150mm（见附录 A）。
- 2.4 搅拌器：用直径 2 mm 的不锈钢丝，一端绕成圆环形，圆环与轴成垂直状态。这样在将温度计(2.2)插入试样容器(2.3)时，搅拌器的圆环可在样品容器内壁与温度计棒之间的环形空间内自由地上下移动。搅拌器圆环轴穿过两个孔软木塞上的一个边孔，中心孔则插入温度计(2.2)。
- 2.5 电加热套：容积为 250mL，功率为 150W。
- 2.6 圆柱形电加热炉：用于加热盛有试样的试样容器(2.3)。
- 2.7 软木塞。
- 2.8 支架：适用于固定试样容器(2.3)的金属架。
- 2.9 辅助温度计：0~300℃，分度值 1℃。

### 3 试剂

#### 3.1 二甲苯

工业级，用作冷却介质。

#### 3.2 标准物

校正温度计用的高纯度对苯二甲酸二甲酯（结晶点为 140.64℃）。

### 4 分析步骤

- 4.1 将搅拌器(2.4)和温度计(2.2)穿过软木塞装好备用。
- 4.2 按照上图所示，安装好冷却浴(2.1)，电加热套(2.5)。升温，使二甲苯处于沸腾状态。此时冷却浴(2.1)内的空气温度可达到 134~136℃，将带有软木塞的温度计放在冷却浴内预热。
- 4.3 接通圆柱形电加热炉(2.6)的电源，将调压器电压调至 170~180 V 进行加热。
- 4.4 标准物(3.2)结晶点的测定：
- 4.4.1 称取约 60g 标准物(3.2)于样品容器(2.3)中，移到圆柱形电加热炉(2.6)内加热。待样品绝大部分熔化，还剩下少部分固体时（以防过热），移到支架(2.8)上，用搅拌器(2.6)上下搅拌，使未熔化的固体熔化。待全部熔化后，用辅助温度计(2.9)测量，控制熔体的温度约 160℃。
- 4.4.2 将已预热的带有软木塞的温度计插入，调整温度计，使其水银球浸没在熔融试样的中心，距样品容器底部约 10mm，试样的液面应在温度计浸没线 76mm 处。将软木塞和温度计固定。此时用搅拌器不断搅拌使试样冷却。
- 4.4.3 当水银柱开始下降，降至温度计顶部球体最下缘时，将其移入冷却浴(2.1)中，用搅拌器以约 60 次/min 的速度上下搅拌。搅拌器不应碰及温度计和样品容器的内壁。水银柱继续下降，当冷却到一定度不再下降，有固体析出后，温度复又回升，回升达到的最高温度并在此温度上保持一段时间，即为标准物用温度计(2.2)测得的结晶点。
- 4.5 百分之一刻度的温度计，每天甚至更短一点的时间，用结晶点为 140.64℃ 的对苯二甲酸二甲酯标准物校准一次。
- 4.6 试样结晶点的测定
- 另取一试样容器，装入被测样品约 60g，用温度计(2.2)按照(4.4.1)、(4.4.2)、(4.4.3)所述操作步骤测定样品结晶点。
- 同一试样不能反复加热，以免影响测定结果。

### 5 分析结果的计算

试样的结晶点  $X(^\circ\text{C})$ 按下式计算：