

中华人民共和国石油化工行业标准



## 对苯二甲酸二甲酯酯交换率的测定

SH/T 1478—92

Dimethyl terephthalate—Determination of  
percentage of ester exchange

20002092

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了对苯二甲酸二甲酯酯交换率的分析步骤和分析结果的计算等。本标准适用于对苯二甲酸二甲酯与乙二醇进行酯交换时酯交换率的测定。

### 2 定义

酯交换率即为在一定试验条件下,对苯二甲酸二甲酯与乙二醇进行酯交换所得到的甲醇量与其理论量的比率。

### 3 试剂与溶液

3.1 乙二醇:分析纯。

3.2 氧化铅:化学纯。

3.3 氧化铅催化剂溶液的制备:

称取0.06g氧化铅(3.2),准确至0.01g,将其溶解于120℃的100mL乙二醇(3.1)中,然后再向该溶液中加入185mL乙二醇(3.1)备用。此催化剂溶液在使用前必须摇匀。

### 4 仪器

4.1 酯交换测定仪:其连接图如图1所示。加工尺寸图见附录A。

4.2 玻璃密度计(0.770~0.830g/cm<sup>3</sup>)。

4.3 实验室一般仪器。

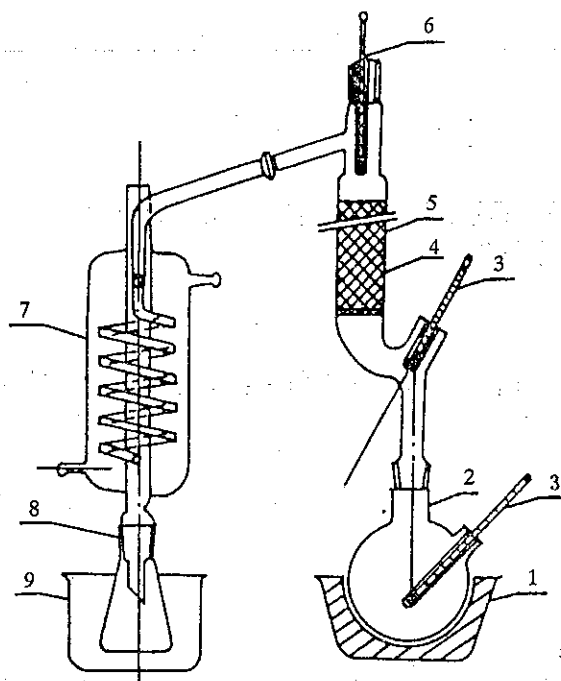


图 1 酯交换测定仪

1—碗式电炉；2—反应瓶，500mL；3—温度计，0~250℃，分度值1.0℃；  
4—分馏柱；5—玻璃填料， $\phi 5 \times 5$ ；6—温度计，0~100℃，分度值0.1℃；  
7—冷凝器；8—甲醇接收瓶；9—冰冷却杯

## 5 分析步骤

- 5.1 称取试样 120g，准确至 0.1g，置于反应瓶中。
- 5.2 用量筒量取 60mL 氧化铅催化剂溶液 (3.3)，加入反应瓶中，用 40mL 乙二醇 (3.1) 分两次洗涤量筒，然后倒入反应瓶中，将反应瓶按图 1 所示连接好。
- 5.3 称量接收甲醇的具塞锥形瓶，称准至 0.1mg，并连接在图中所示的仪器上，并用冰进行冷却。
- 5.4 将冷凝器通入冷却水（水温在 0~5℃）。
- 5.5 接通电炉电源加热约 15~20min，升温速率 8~10℃/min，使反应瓶内物料沸腾。当反应物料达到 190℃ 时，分馏柱底温度约 120℃，以分馏柱顶温度达 64℃，第 1 滴甲醇滴入接收瓶算起，反应进行 2h。反应结束前 15min，反应瓶须保温，并加强热，使柱顶温度由 64℃ 升至 90℃。关闭电源撤下电炉，5min 内使冷凝器内物料全部流入接收瓶内。
- 5.6 取下接收瓶，加塞称量，准确至 0.1mg，在 20℃ 下，用密度计 (4.2) 测量其密度。根据馏出物的密度—甲醇含量曲线图 (见图 2) 求得甲醇的百分含量。