

## 对苯二甲酸二甲酯酸值测定法

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了对苯二甲酸二甲酯酸值的测定方法。

本标准适用对苯二甲酸二甲酯酸值的测定范围为 0.005~0.065mgKOH/g。

## 2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的配制

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

## 3 方法提要

试样用三氯甲烷溶解后,以 2,4-二硝基苯肼和 1,2-萘醌-4-磺酸钠为指示剂(复合指示剂),用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定,使溶液由橙红色变为紫色,其反应式如下:



## 4 试剂和溶液

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

## 4.1 三氯甲烷。

4.2 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液:  $c(\text{KOH}) = 0.05000\text{mol/L}$ 。

## 4.3 复合指示剂溶液:

称取约 0.99g 2,4-二硝基苯肼,溶于 100mL 热无水乙醇中,在不断搅拌的同时将此溶液倒入已溶有 1.3g 的 1,2-萘醌-4-磺酸钠的 25mL 热水溶液中,此时混合物为暗红色。煮沸约 10min,待有血红色结晶析出时,于室温下放置约 30min,过滤,滤出的结晶在乙酸中再结晶一次,然后将结晶物在 100℃ 下干燥至无乙酸气味为止。

称取约 0.03g 上述制备好的结晶物,溶于 100mL 无水乙醇中,将此溶液过滤。所得滤液即为制备好的复合指示剂溶液,贮存于棕色瓶中。

## 5 仪器

## 5.1 锥形瓶:250mL。

## 5.2 微量滴定管:1mL,分度值 0.01mL。

## 5.3 恒温水浴。

## 6 分析步骤

称取约 20g(精确至 0.1g)研碎的试样,放入锥形瓶内,然后用量筒加入 100mL 三氯甲烷,在  $50 \pm 1^\circ\text{C}$  的恒温水浴中加热溶解,可不断摇动。待试样完全溶解后取出冷却至室温。用移液管加入 2mL 复合指示剂,摇匀后用微量滴定管以氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定,至溶液由橙红色到出现紫色为终点。记下所消耗标准滴定溶液的体积。

在相同的条件下做空白试验。

## 7 分析结果的计算

对苯二甲酸二甲酯的酸值  $X(\text{mgKOH/g})$ 按下式计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.0561 \times 1000}{m}$$

式中:  $V$  ——试样所消耗标准滴定溶液的体积, mL

$V_0$  ——空白所消耗标准滴定溶液的体积, mL;

$m$  ——试样的质量, g;

$c$  ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

0.0561 ——1.00mL 氢氧化钾标准滴定溶液 [ $c(\text{KOH}) = 1.000\text{mol/L}$ ] 中的氢氧化钾质量, g。

## 8 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为分析结果,两次平行测定结果的允许差不大于  $0.004\text{mgKOH/g}$ 。

### 附加说明:

本标准由辽阳石油化纤公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会归口。

本标准由辽阳石油化纤公司研究院负责起草。

本标准主要起草人张静、商祯玉、黄一平。