

自动熔点仪法检测均苯四甲酸二酐等材料熔点

1 前言

均苯四甲酸二酐用于制造聚酰亚胺树脂，后者用作耐高温电气绝缘漆的原料。工业品均苯四甲酸二酐为白色至淡黄绿色结晶，一级品熔点 284-287°C，二级品熔点 283.5-287°C。

4,4'-二氨基二苯醚是新型特种工程塑料聚酰亚胺、聚醚酰亚胺、聚酯酰亚胺、聚马来酰亚胺、聚芳酰胺等耐高温树脂的重要原料之一，还是合成 3,3',4,4'-四氨基二苯醚的原料，后者是制备一系列芳杂环耐热高分子材料的主要单体。它还用作高性能耐热性环氧树脂、聚氨酯等合成高分子的原料及交联剂。其熔点范围是 188-192 °C。

对苯二胺是一种白色至淡紫红色晶体，用于生产毛皮黑 D 以及橡胶防老剂 DNP、荧光指示剂、分析试剂和皮毛染色剂，也用于染料的合成等。

熔点是测定以上三种物质纯度的重要方法之一。本文使用 MP490 全自动熔点仪，方法简单，结果良好。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

Hanon MP490 全自动熔点仪

3 实验方法

3.1 实验步骤

- (1) 将样品装到毛细管中，颠实，装样高度为 3-5mm，同一样品装样高度保持一致。
- (2) 设置合适的起始温度和升温速率，进行测试。

3.2 仪器参数

参数设置	均苯四甲酸二酐	4, 4-二氨基二苯醚	对苯二胺
起始温度	260°C	185°C	138°C
终止温度	295°C	195°C	146°C
曲线时间	20min	10min	10min

4 结果与讨论

4.1 实验结果

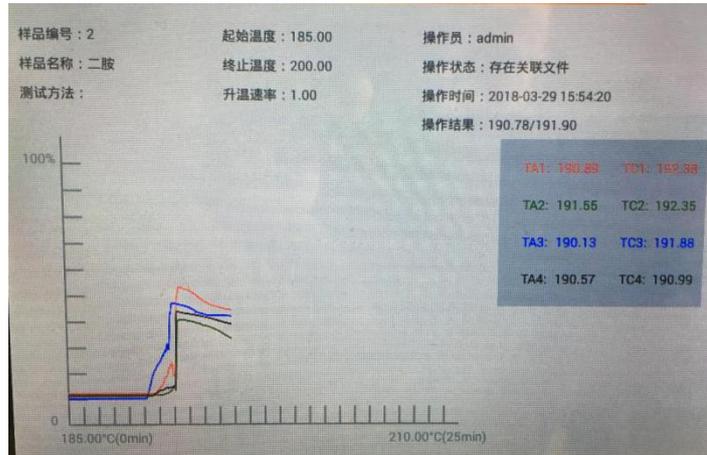
样品	升温速率 (°C/min)	初熔温度 (°C)	平均初熔 (°C)	终熔温度 (°C)	平均终熔 (°C)
均苯四甲酸二酐	2.0	285.88	285.68	289.89	288.26
		286.82		287.95	
		284.78		287.45	
		285.24		287.75	
4, 4-二氨基二苯醚	1.0	190.89	190.78	192.38	191.90
		191.55		192.35	
		190.13		191.88	
		190.57		190.99	
对苯二胺	1.0	141.53	140.74	142.26	141.71
		139.91		141.40	
		140.77		141.71	

4.2 图谱

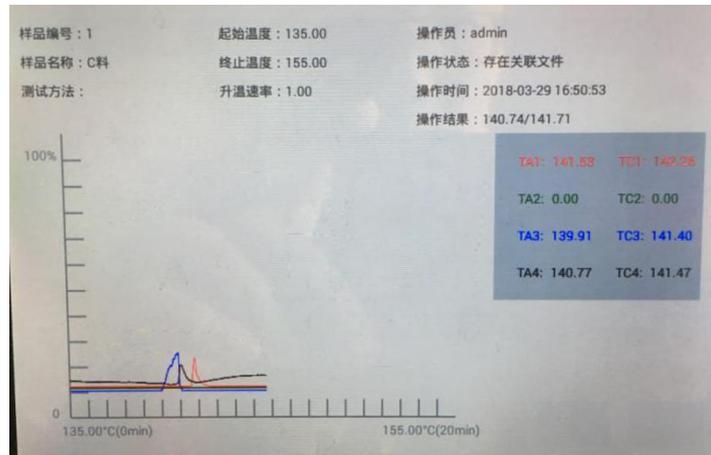
(1) 均苯四甲酸二酐



(2) 4,4-二氨基二苯醚



(3) 对苯二胺



4.3 讨论

对苯二胺在熔化过程中会逐渐由白色晶体变成深褐色晶体，从图谱中可以看出，毛细管透光率产生了先升高后降低的变化。

注意事项

样品熔化过程中易分层，建议增加颠实次数，建议增大装样高度，使样品在熔化后能没过遮光孔。