

团体标准

T/CSTM 00076-2019

化学试剂 硬脂酸钙

Chemical reagent — Calcium Stearate

2019-02-15 发布

2019-02-15 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国材料与试验团体标准委员会化工领域委员会（CSTM/FC05）提出。

本标准由中国材料与试验团体标准委员会化工领域委员会化学试剂技术委员会（CSTM/FC05/TC04）归口。

CSTM标准公布使用

化学试剂 硬脂酸钙

1 范围

本标准规定了化学试剂硬脂酸钙的性状、分子式、结构式、相对分子质量和 CAS 号、规格、试验、检验规则、包装及标志。

本标准适用于化学试剂硬脂酸钙的检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

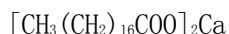
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状、分子式、结构式、相对分子质量和 CAS 号

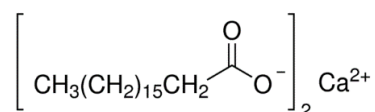
3.1 性状

本试剂为白色粉末,溶于热的苯和松节油等有机溶剂,微溶于热的乙醇和乙醚,不溶于水、冷的乙醇和乙醚。加热至400℃时缓缓分解,可燃,遇强酸分解为硬脂酸和相应的钙盐。

3.2 分子式



3.3 结构式



3.4 相对分子质量

607.02（按 2016 年国际相对原子质量）

3.5 CAS 号

1592-23-0

4 规格

硬脂酸钙的规格见表 1。

表 1 硬脂酸钙的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量(以 Ca 计)，w/%	6.6~7.4	
游离酸(以硬脂酸计)，w/%	≤ 0.3	≤ 0.5
可溶性盐，w/%	≤ 0.1	≤ 0.3
干燥失量，w/%	≤ 3.0	≤ 3.0
氯化物(Cl)，w/%	≤ 0.02	≤ 0.05
硫酸盐(SO ₄)，w/%	≤ 0.05	≤ 0.1
重金属(以 Pb 计) w/%	≤ 0.002	≤ 0.004

5 试验

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.1 一般规定

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称量，本标准中所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

5.2.1 钙指示剂的配制

称取 10 g 于 130 °C 干燥至恒量的氯化钠，加入 0.10 g 钙指示剂混匀，研细。

5.2.2 测定方法

称取 1 g 样品，精确至 0.0001 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加 5 mL 硝酸溶液(25%)、30 mL 水，装上冷凝管，置于电炉上缓缓加热，保持微沸，直至样品分解至浮在溶液上面的油层呈透明为止。以热水冲洗冷凝管壁和瓶塞四周，取下冷凝管，继续加热，保持微沸，使透明油脂聚成一块，停止加热，冷却至室温。用氢氧化钠溶液(100 g/L)调节至 pH≈14，再过量 5 mL，加 50 mg~100 mg 钙指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.05 mol/L]滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

硬脂酸钙(以 Ca 计)的质量分数 w_1 ，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{Ca})=40.08 \text{ g/mol}$];

m ——样品质量,单位为克(g)。

两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%,取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.3 游离酸

称取1 g样品,置于250 mL具塞锥形瓶中,加50 mL乙醇(95%),振摇2 min,过滤。取滤液,加2滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色,并保持30 s。同时做空白试验。

游离酸(以硬脂酸计)的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——样品试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硬脂酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_{18}\text{H}_{38}\text{O}_2)=284.48 \text{ g/mol}$];

m ——样品质量,单位为克(g)。

5.4 可溶性盐

称取1 g样品,加50 mL水,加热煮沸,冷却,过滤。用水洗涤滤渣,合并滤液及洗液置于已在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的玻璃蒸发皿中,在水浴上蒸干,再于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。水溶性盐的质量分数 w_3 ,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——干燥恒量后残渣与蒸发皿的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥恒量后蒸发皿的质量,单位为克(g);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

5.5 干燥失量

称取1 g(精确至0.0001 g)样品,置于已在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的称量瓶中,于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。

干燥失量的质量分数 w_4 ,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——干燥前样品与称量瓶的质量，单位为克（g）；

m_2 ——干燥恒量后样品与称量瓶的质量，单位为克（g）；

m ——样品的质量，单位为克（g）。

5.6 氯化物

5.6.1 试验溶液的制备

称取 1 g 样品，加 100 mL 水，加热煮沸 5 min，冷却，过滤，稀释至 100 mL，摇匀。

5.6.2 测定方法

5.6.2.1 取 10 mL 试验溶液，稀释至 20 mL，按 GB/T 9729 之规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

5.6.2.2 标准比浊溶液的制备是取含 0.02 mg（分析纯）或 0.05 mg（化学纯）质量的氯化物（Cl）标准溶液，稀释至 20 mL，与同体积试液同时同样处理。

5.7 硫酸盐

5.7.1 取 5 mL 试验溶液（5.6.1），稀释至 20 mL，加 0.5 mL 盐酸溶液（20%）酸化后，按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

5.7.2 标准比浊溶液的制备是取含 0.025 mg（分析纯）或 0.05 mg（化学纯）质量的硫酸盐（SO₄）标准溶液，稀释至 20 mL，与同体积试液同时同样处理。

5.8 重金属

5.8.1 称取 1.5 g 样品，置于烧杯中，加 20 mL 硝酸溶液（25%），于电炉上加热煮沸 2 min~3 min，并不时搅拌，冷却，过滤，滤液用氨水溶液（1+1）中和，稀释至 30 mL。取 20 mL，加 0.2 mL 乙酸溶液（30%）后，按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不应深于标准比色溶液。

5.8.2 标准比色溶液的制备是取剩余的 10 mL 样品溶液及含 0.01 mg（分析纯）或 0.02 mg（化学纯）质量的铅（Pb）标准溶液，稀释至 20 mL 与同体积试液同时同样处理。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输，并给出标志，其中：

a) 包装单位：第 3、4 类；

b) 内包装形式：NB-4、NB-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15；

- c) 隔离材料：GC-2、GC-3、GC-4；
- d) 外包装形式：WB-2、WB-3。

CSTM标准公布使用

附 录 A
(资料性附录)

本标准起草单位：温州吉象化学股份有限公司。

本标准参加起草单位：浙江省明矾石综合利用研究所。

本标准主要起草人：李翊元、夏长富、张欣、潘万成、戴品中、李司元。

CSTM标准公布使用