

ICS 71. 100. 40

G 71

备案号:38579—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2424—2012

代替 HG/T 2424—1993

硬脂酸钙

Calcium stearate

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2424—1993《硬脂酸钙(轻质)》，与 HG/T 2424—1993 相比，主要技术变化如下：

- 删除了原标准名称中的“(轻质)”；
- 增加了 CAS 号；
- 删除了“外观”技术指标中的“无明显机械杂质”；
- 删除了“堆积密度”检测项目及试验方法；
- 游离酸测定试验方法中增加了过滤程序，计算公式中硬脂酸的摩尔质量由“271”改为“284”。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会归口 (SAC/TC35/SC12)。

本标准负责起草单位：中山市华明泰化工材料科技有限公司。

本标准参加起草单位：江苏中鼎化学有限公司、东莞市汉维新材料科技有限公司。

本标准主要起草人：郭向荣、李绪邦、丁际昭。

本标准于 1993 年首次发布，本次为第一次修订。

硬脂酸钙

1 范围

本标准规定了硬脂酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业硬脂酸与钙化合物反应制得的硬脂酸钙。
结构式： RCOOCaOOCR (R 为工业硬脂酸中的混合烷基)。
CAS RN:1592-23-0

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,所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 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛
- GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

3 要求

硬脂酸钙的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 硬脂酸钙的技术要求和相应的试验方法

项 目	指 标			试验方法
	优等品	一等品	合格品	
外观	白色粉末			本标准 4.2
钙含量/%	6.5±0.5	6.5±0.6	6.5±0.7	本标准 4.3
游离酸(以硬脂酸计)/% ≤	0.5			本标准 4.4
加热减量/% ≤	2.0	3.0		本标准 4.5
熔点/℃	149~155	≥140	≥125	本标准 4.6
细度(0.075 mm)/% ≥	99.5	99.0		本标准 4.7

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,分析中所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 规定制备,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

4.2 外观的测定

称取试样 30 g±5 g 放在 30 cm×30 cm 的白色滤纸上,然后按 20 cm×20 cm 的规格把试样摊平,在自然光下目测试样的颜色和形状。

4.3 钙含量的测定

4.3.1 试剂和材料

- 4.3.1.1 硝酸[7697-37-2]溶液:1+2;
- 4.3.1.2 乙醇 95 % [64-17-5];
- 4.3.1.3 氢氧化钠溶液:100 g/L;
- 4.3.1.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:c(EDTA)=0.02 mol/L;
- 4.3.1.5 钙指示剂(NN)[化学名称:2-羟基-1-(2-羟基-4-碘酸基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸];

制备方法:称取 1.0 g 钙指示剂与 100 g 氯化钠混匀研细备用。

4.3.2 分析步骤

称取试样 2 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 三角烧瓶中,加入乙醇 15 mL、硝酸 15 mL,水 30 mL,把三角烧瓶置于电炉上微微加热,保持微沸,直到脂肪酸层变得透明且聚在一起时为止。冷却至常温,过滤,并不断用水冲洗滤纸,至洗液使石蕊试纸不显酸性时停止冲洗。将滤液和洗液移入 200 mL 容量瓶内,加水至刻度,摇匀作为试液。用移液管精确吸取 20 mL 上述试液,置于 250 mL 三角烧瓶中,加 80 mL 水,滴加氢氧化钠溶液将试液的酸碱度调节至 pH=14,加制备好的钙指示剂约 0.1 g,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为纯蓝色即为终点。

4.3.3 结果计算

钙含量以钙的质量分数 X_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V_c M}{m \times \frac{20}{200} \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V ——滴定试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——试样的质量的数值,单位为克(g);
- M ——钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

4.3.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.20 %。

4.4 游离酸的测定

4.4.1 试剂

- 4.4.1.1 乙醇 95 % [64-17-5];
- 4.4.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH)=0.05 mol/L;
- 4.4.1.3 酚酞指示液:10 g/L。

4.4.2 仪器

5 mL 微量滴定管。

4.4.3 分析步骤

称取试样 2 g(准确至 0.01 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加乙醇(温度不低于 20 ℃)100 mL,振荡 10 min,过滤,用 45 mL 乙醇分三次洗涤,滤干,收集滤液和洗液,加酚酞指示液 5 滴,以氢氧化钠标准滴

定溶液滴定至溶液呈微红色,保持 30 s 不褪色,即为终点。同时用同批号的乙醇做空白试验。

4.4.4 结果计算

游离酸以工业硬脂酸的质量分数 X_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——硬脂酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=284$)。

4.4.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.10 %。

4.5 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008《橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法》中 3.4 之规定进行测定。干燥温度为: $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.6 熔点的测定

按 GB/T 617—2006《化学试剂 熔点范围测定通用方法》之规定进行测定。测定结果以终熔点为准。

4.7 细度的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 工业乙醇[64-17-5]。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 试验筛:应符合 GB/T 6003.1—1997 之规定。规格: $\phi 75\text{ mm} \times 25\text{ mm}/0.075\text{ mm}$;

4.7.2.2 软毛刷:长约 35 mm,宽约 20 mm;

4.7.2.3 电热恒温干燥箱;

4.7.2.4 干燥器:内盛适当干燥剂。

4.7.3 分析步骤

称取试样 2.0 g(称准至 0.1 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入澄清的工业乙醇 80 mL,摇匀,倒入试验筛中过滤,另取澄清的工业乙醇将锥形瓶内及试验筛上的试样冲洗过筛。将留有未过筛试样的试验筛置于烘箱内($85^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$)干燥 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温(约 30 min)。然后用软毛刷轻轻刷动,使能过筛的试样继续过筛,最后将不能过筛的筛余物小心转移于已知质量的定性滤纸上称量(准确至 0.000 1g)。

4.7.4 结果计算

细度以质量分数 X_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \left(1 - \frac{m_1}{m}\right) \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——筛余物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

4.7.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结

果的差值不得大于 0.20 %。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中规定的项目全部为出厂检验项目。

5.2 出厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、生产厂名、批号、生产日期、本标准编号、检验结论等。

5.3 组批规则

本产品以日产量为一批。

5.4 采样

以批为单位按 GB/T 6679—2003 的规定采样。取样量不少于 600 g,分装于两个清洁干燥的磨口瓶(塑料袋)中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:产品名称、批号、采样日期、采样人等,一瓶(袋)供检验部门检验,另一瓶(袋)保存备查。

5.5 复检

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应从同批产品两倍量的包装件中重新采样进行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求时,也判该批产品为不合格品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品外包装上应有清晰、牢固的标志,内容包括:产品名称、商标、本标准编号、批号、生产厂名称、净含量、厂址、生产日期,并按 GB/T 191—2008 的规定,标明“禁用手钩”、“怕雨”、“怕晒”标志。

6.2 包装

本产品装于内衬塑料薄膜的编织袋内,每袋净含量 10 kg。也可以根据用户要求采用其他包装形式。

6.3 运输

本产品在运输过程中应防雨、防晒,不得与酸碱或其他腐蚀性物质接触。

6.4 贮存

本产品应贮存于清洁、通风、阴凉、干燥的仓库内,避免阳光直射。

本产品在符合本标准规定的运输、贮存条件下,自生产之日起贮存期为 12 个月。

2012
2424
E
HG

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

硬 脂 酸 钙

HG/T 2424—2012

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1457

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换

定价:10.00元

版权所有 违者必