

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27354—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3583—2009
代替 HG/T 3583—1999

活性磷酸钙

Activated calcium phosphate

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3583—1999。

本标准与 HG/T 3583—1999 相比较,主要技术差异如下:

- 根据产品工艺的差异,将产品划分为 A 型和 B 型两个型号,以满足客户不同生产工艺的要求,更加适用于市场对产品质量的需要(1999 年版的 3.2,本版的 3.2);
- 提高氧化钙含量的上限范围,以满足客户实际生产需求(1999 年版的 3.2,本版的 3.2);
- 缩小产品水分指标范围,提高对产品质量的控制(1999 年版的 3.2,本版的 3.2);
- 修改了五氧化二磷含量分析时的微沸时间及方法(1999 年版的 4.1.4.3,本版的 4.4.4.3);
- 增加悬浮度试验方法,简单地间接测试产品作为悬浮分散剂的悬浮分散性能,以满足客户的要求(本版的 4.10)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、张家港泰华化工有限公司、四川绵竹川润化工有限公司。

本标准主要起草人:范国强、刘林密、张金辉、李素萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- HG/T 3583—1999。

活性磷酸钙

1 范围

本标准规定了活性磷酸钙(磷酸三钙悬浮分散剂、羟基磷酸钙)的范围、要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以磷酸法合成的粉状活性磷酸钙。该产品是一种非水溶性无机分散剂,主要作为悬浮聚合分散剂应用于合成树脂的生产中,另外也可作为添加剂应用在陶瓷、生物材料、荧光材料等领域。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)
GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛
GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 8946 塑料编织袋
GB/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则
HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备
HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 要求

- 3.1 外观:白色无定形粉末。
- 3.2 活性磷酸钙应符合表 1 的要求。

表 1 要 求

项 目	指 标	
	A 型	B 型
五氧化二磷(P ₂ O ₅) <i>w</i> / %	38.0~41.0	38.0~41.0
氧化钙(CaO) <i>w</i> / %	51.0~55.0	51.0~55.0
水分 <i>w</i> / % ≤	2.5	2.5
pH 值(10g/L)	8.0~9.0	6.5~7.5
盐酸不溶物 <i>w</i> / % ≤	0.2	0.2
粒度通过率(38 μm 孔径筛) <i>w</i> / % ≥	99.5	99.0
3 h 悬浮度 ^a / %	协议	协议
^a 该指标只适用于 EPS 等悬浮分散剂用途。		

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者必须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时,应在通风橱中进行。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

4.3 外观的判别

在自然光下,目视判别所取样品是否符合要求中的描述。

4.4 五氧化二磷含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根全部与加入的沉淀剂喹钼柠酮形成磷钼酸喹啉沉淀。通过过滤、烘干、称量,计算出五氧化二磷含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸溶液:1+1;

4.4.2.2 喹钼柠酮溶液。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5 μm~15 μm;

4.4.3.2 电热烘箱:温度可控制在 180 °C±5 °C;

4.4.3.3 电加热板。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 5 mL 硝酸溶液、50 mL 水,溶解后全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于测定五氧化二磷含量和氧化钙含量。

4.4.4.2 试剂空白溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

4.4.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A 和试剂空白溶液,分别置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。用电加热板加热煮沸 1 min,趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,再煮沸 1 min,冷却至室温。冷却过程中搅拌 3 次~4 次,用预先在 180 °C±5 °C 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,先将上层清液过滤,以倾泻法用水洗涤沉淀 5 次~6 次,每次用水约 20 mL。最后将沉淀全部移入玻璃砂坩埚中,再用水洗涤沉淀 4 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱中,于 180 °C±5 °C 干燥 45 min,取出稍冷却后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

4.4.5 结果计算

五氧化二磷含量以五氧化二磷(P₂O₅)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{0.032\ 07 \times (m_1 - m_2)}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

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

4.5 氧化钙含量的测定

4.5.1 方法提要

在试验溶液中加入过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液，与钙离子络合，以铬黑 T 为指示剂，用氧化锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氨水。

4.5.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.5.2.3 乙二胺四乙酸二钠-镁溶液： $c(\text{EDTA-Mg})=0.01\text{ mol/L}$ 。

4.5.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液甲： $\text{pH}\approx 10$ 。

4.5.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05 mol/L 。

4.5.2.6 氧化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnO})$ 为 $0.050\ 00\text{ mol/L}$ 。

准确称取 4.070 g(精确至 0.000 1 g)于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒重的工作基准氧化锌于 100 mL 小烧杯中，用少量水润湿，加入 20 mL 盐酸溶液将氧化锌溶解后全部移入 1 L 的容量瓶中，水稀释定容至刻度。

4.5.2.7 铬黑 T 固体指示剂：1 % (质量分数)。

将铬黑 T 和氯化钠按 1+99 的比例在研钵中充分研细混匀，贮于带磨口塞的瓶中。

4.5.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，用氨水调至试液中微有沉淀析出，再用盐酸溶液调至沉淀恰好溶解，准确加入 25 mL 0.05 mol/L 的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液，再加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、2 mL 乙二胺四乙酸二钠-镁溶液及适量铬黑 T 指示剂，用氧化锌标准滴定溶液滴定至溶液由纯蓝色变为紫色为终点。

4.5.4 结果计算

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times M \times 10^3}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 ——向试验溶液中加入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)；

V_2 ——滴定所消耗的氧化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

c_2 ——氧化锌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 ——氧化钙(CaO)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)。

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

4.6 水分的测定

按 GB/T 6284 的规定进行。

4.7 pH 的测定

4.7.1 方法提要

同 GB/T 9724—2007 第 3 章。

4.7.2 仪器、设备

同 GB/T 9724—2007 第 5 章。

4.7.3 试剂和材料

无二氧化碳的水。

4.7.4 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 150 mL 烧杯中，加入 100 mL 无二氧化碳的水，搅拌 15 min，静置，取其清液按 GB/T 9724—2007 第 6 章测定。

4.8 盐酸不溶物含量的测定

4.8.1 方法提要

将试样溶于盐酸，用玻璃砂坩埚过滤，洗涤、烘干、称量，计算不溶物含量。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 硝酸银溶液：17 g/L；

4.8.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.8.3 仪器、设备

4.8.3.1 玻璃砂坩埚：孔径为 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ ；

4.8.3.2 恒温水浴。

4.8.4 分析步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.0002 g ，置于 200 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 20 mL 盐酸溶液溶解，盖上表面皿，在水浴上蒸至近干，加入 20 mL 水溶解。用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤残渣至滤液不含氯离子为止（用硝酸银溶液检查）。于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定。

4.8.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按式(3)计算：

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

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——玻璃砂坩埚与盐酸不溶物的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

4.9 粒度通过率的测定

4.9.1 方法提要

试样通过一定孔径的试验筛筛分，称量筛余物的质量，计算粒度通过率。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 乙醇：95 %。

4.9.3 仪器、设备

试验筛：符合 GB/T 6003—1997《金属丝编织网试验筛》R 40/3 系列 $\phi 50\text{ mm} \times 50\text{ mm}/38\text{ }\mu\text{m}$ 。

4.9.4 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.01 g)，置于已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定并用乙醇润湿过的筛内。用乙醇将试样润湿，手持筛子上端，将筛底浸入水中，用中楷羊毛笔轻轻刷洗，直至在水中无白色微粒为止。用水冲洗两次，用乙醇洗一次。置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘至质量恒定。

4.9.5 结果计算

粒度通过率以质量分数 w_4 计，数值以 % 表示，按式(4)计算：

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

式中：

- m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；
- m_1 ——试验筛和筛余物的质量的数值，单位为克(g)；
- m_2 ——试验筛的质量的数值，单位为克(g)。

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

4.10 悬浮度测定

4.10.1 方法提要

将样品放入装有水的量筒中，摇匀并放置规定时间后读取浊液体积，并计算确定。

4.10.2 仪器、设备

4.10.2.1 量筒：100 mL，分度值 1 mL，带有磨口塞。

4.10.3 分析步骤

称取试样量由供需双方协商确定(精确至 0.01 g)，把样品加入预先加有约 40 mL 水的量筒中，将样品全部进行润湿，再加入水至 100 mL 刻度处，随后盖上瓶塞，操作员手握住量筒上部，拇指按住瓶塞，上下倒置 20 次使之混合均匀。然后静置计时，记录沉降 3 h 的浊液体积。

4.10.4 结果计算

3 h 悬浮度以溶液沉降浊液体积与总体积比 H 计，数值以 % 表示，按式(5)计算：

$$H = \frac{V}{100} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- V ——3 h 的浊液面刻度数值，单位为毫升(mL)；
- 100——试样溶液总体积，单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果；两次平行测定结果的绝对差值不大于 5 %。

5 检验规则

- 5.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目。
- 5.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一型号的活性磷酸钙为一批，每批产品不超过 15 t。
- 5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。从每个选取的包装单元中取出不少于 50 g 的样品，将所取样品混匀后，按四分法缩分至不少于 200 g，立即分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存三个月备查。生产厂可在包装线上自动取样或包装封口前采样。
- 5.4 活性磷酸钙由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。
- 5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验，复验结果有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。
- 5.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合本标准。

6 标志和标签

- 6.1 活性磷酸钙包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、本标准编号，以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。其他标志内容也可根据客户要求

求定。

6.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、型号、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输和贮存

7.1 活性磷酸钙采用内衬塑料袋的聚丙烯编织袋包装，内包装用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用聚丙烯编织袋，其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的有关规定。该产品每袋净含量 10 kg 或 20 kg。或根据用户要求协商确定包装方式和规格。

7.2 包装时将活性磷酸钙装入内袋，将袋内余气排出，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口，缝合牢固。

7.3 活性磷酸钙在运输过程中应有遮盖物，轻装、轻卸，防止包装损坏，防止日晒、雨淋、受潮。

7.4 活性磷酸钙应贮存在干燥、阴凉、通风的仓库内，防止受潮。

中华人民共和国
化工行业标准
活性磷酸钙

HG/T 3583—2009

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数 13 千字

2010 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·0833

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。
