



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

PHÂN LÂN CANXI MAGIÊ

TCVN 1078.- 85

Cơ quan biên soạn:

Nhà máy Phân lân Văn Điển
Tổng cục Hóa chất

Cơ quan đề nghị ban hành:

Tổng cục Hóa chất

Cơ quan trình duyệt:

Tổng cục Tiêu chuẩn — Đo lường — Chất lượng
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Cơ quan xét duyệt và ban hành:

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Quyết định ban hành số: 44/QĐ ngày 18 tháng 9 năm 1985.

PHÂN LÂN CANXI MAGIÊ		TCVN 1078 - 85
		Có hiệu lực từ 01-07-1986
Кальциево-магнневое фосфорное удобрение	Calcium magnesium phosphorus manure	

Tiêu chuẩn này được ban hành để thay thế cho TCVN 1078-71

Tiêu chuẩn này áp dụng cho phân lân canxi magiê sản xuất theo phương pháp lò cao với nguyên liệu apatit cực số hai, septentin, than Vàng danh cực số hai theo TCVN 2279-78 hoặc than khác có chất lượng tương đương. Tiêu chuẩn chính thức áp dụng đối với các xí nghiệp trung ương, khuyến khích áp dụng đối với các xí nghiệp địa phương.

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

1.1. Các chỉ tiêu của phân lân canxi magiê phải phù hợp với các yêu cầu quy định trong bảng sau :

Tên chỉ tiêu	Mức	
	Loại 1	Loại 2
1. Hàm lượng diphospho pentoxit (P ₂ O ₅) hữu hiệu, tính bằng %, không nhỏ hơn	15	13,5
2. Độ ẩm, tính bằng %, không lớn hơn	1	1
3. Độ mịn qua sàng cạnh 0,18mm, tính bằng % khối lượng, không nhỏ hơn	80	80

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Quy định chung

2.1.1. Chất lượng của lô hàng được xác định trên cơ sở phân tích mẫu trung bình lấy ở mỗi lô hàng.

Lô hàng là lượng phân lân canxi magiê được nhà máy sản xuất trong cùng một thời gian, có cùng một loại bao bì, giao nhận cùng một lúc, có cùng một giấy xác nhận chất lượng và không quá 100 tấn.

2.1.2. Lấy mẫu thử ở 5% số bao của lô hàng, nhưng không được ít hơn 5 bao đối với lô hàng nhỏ. Khối lượng mẫu lấy ở mỗi bao lại trên, dưới và giữa không được nhỏ hơn 0,1 kg.

Gộp tất cả những phần mẫu thử lại, rút gọn theo phương pháp chia tư, đến khoảng 1000 gam, chia hai phần bằng nhau và cho vào hai bao làm bằng chất dẻo hoặc giấy xi măng chống ẩm; gói kín lại. Bên ngoài bao có nhãn ghi tên cơ sở sản xuất, số hiệu của lô hàng được lấy mẫu, nơi gửi hàng đi, ngày tháng sản xuất, tên người lấy mẫu và số hiệu của tiêu chuẩn.

Lấy một bao đem phân tích còn một bao giữ lại lưu trong 6 tháng để khi cần thiết phân tích trọng tải.

2.1.3. Khi tiến hành phân tích hóa học dùng thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

2.1.4. Nước cất dùng làm dung môi pha thuốc thử phải phù hợp với TCVN 2417-77.

2.1.5. Mỗi phép thử được xác định song song trên hai lượng mẫu cân.

2.1.6. Trường hợp kết quả phân tích không đạt yêu cầu thì phải lấy lượng mẫu thử gấp đôi để phân tích lại. Kết quả lần này dù chỉ một chỉ tiêu không đạt thì cả lô hàng cũng coi là không đạt tiêu chuẩn.

2.2. Xác định hàm lượng diphospho pentoxit (P_2O_5) hữu hiệu bằng phương pháp khối lượng (phương pháp trọng tải).

2.2.1. Nguyên tắc của phương pháp

Hòa tan phân lân canxi magiê bằng dung dịch axit xitric 2%. Kết tủa ion photphat bằng amoni molipdat trong môi trường axit nitric được kết tủa màu vàng, dùng amoni hydroxit dư hòa tan kết tủa vàng, sau đó dùng hỗn hợp magiê kết tủa ion photphat dưới dạng NH_4MgPO_4 qua lọc, rửa, nung, cân. Từ lượng cân $Mg_2P_2O_7$ thu được tính ra hàm lượng diphospho pentoxit (P_2O_5) hữu hiệu.

2.2.2. Thuốc thử và dung dịch

Axit xitric, dung dịch 2% ;

Axit nitric, dung dịch 6N; 25% ; 1% ;

Amoni hydroxit, dung dịch 6N; 25% ; 2,5% ;

Amoni nitrat, dung dịch 35% ;

Amoni molipdat, dung dịch 3% ;

Axit clohydric, dung dịch 6N ;

Hỗn hợp magiê ($55g \text{ MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 70g \text{ NH}_4\text{Cl} + 250\text{ml} \text{ NH}_4\text{OH} 10\% + \text{nước cất vừa đủ } 1000 \text{ ml và lọc}$);

Bạc nitrat dung dịch 1% ;

Phêlôphtalein, dung dịch 1% pha trong rượu.

2.2.3 Cách tiến hành

Cân 0,5g phân lân canxi magiê với độ chính xác 0,0002g đã nghiền mịn cho vào bình tam giác 250ml, khô, có nút nhám, dùng pipet cho vào 50ml axit nitric 2% để hòa tan mẫu, dùng tay lắc đều 30 phút, lọc dung dịch (bằng giấy lọc bằng đũa) qua phễu vào cốc khô dung tích 100 ml.

Hút 100ml dung dịch lọc cho vào cốc dung tích 250ml thêm vào 20 giọt HNO_3 6N đun nóng bốc khói, dùng amoni hydroxit 25% trung hòa cho đến khi có kết tủa trắng. Dùng axit nitric 6N hòa tan kết tủa, pha loãng dung dịch bằng nước cất đến khoảng 100ml, thêm 30ml amoni nitrat 35% và 20ml axit nitric 25%, đun nóng dung dịch đến nhiệt độ $70 - 80^\circ\text{C}$ vừa khuấy vừa cho vào từ từ 50 ml amoni molipdat 3%, khuấy mạnh dung dịch sau đó để yên đến khi dung dịch lắng trong hoàn toàn. Lọc dung dịch qua giấy lọc có tàn (giấy lọc thường). Rửa kết tủa 3—4 lần bằng axit nitric 1%. Hòa tan kết tủa bằng 15ml amoni hydroxit 25%, rửa giấy lọc bằng nước cất đến khi giấy lọc không còn kiềm thêm vào dung dịch thu được vài giọt phênolphtalein 1% và trung hòa bằng axit clohydric 6N cho tới khi mất màu chỉ thị, thêm vào 15ml dung dịch amoni nitrat 50% và từng giọt amoni hydroxit 25% cho đến khi có màu hồng. Cho từ từ 30—35ml hỗn hợp magiê. Vừa cho vừa khuấy đến khi xuất hiện kết tủa sau vài phút. Thêm 25ml amoni hydroxit 25% khuấy liên tục 30 phút để lắng kết tủa 1—2 giờ và lọc. Lọc kết tủa bằng giấy lọc không

tàn (băng xanh). Rửa kết tủa bằng amoni hydroxit 2,5% đến khi hết ion Cl^- (thử bằng bạc nitrat). Kết tủa sấy khô và nung ở nhiệt độ 950 — 1000°C trong 2 giờ đến khi có khối lượng không đổi. Để nguội đến nhiệt độ trong phòng và cân.

2.2.4. Tính kết quả

Hàm lượng diphospho pentoxit (P_2O_5) hữu hiệu, tính bằng phần trăm (X_1) theo công thức:

$$X_1 = \frac{a \cdot 0,6379}{G} \cdot 100,$$

trong đó:

a: khối lượng kết tủa sau khi nung, tính bằng g;

G: khối lượng mẫu tương đương dùng để phân tích, tính bằng g;

0,6379: hệ số tính chuyển $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ra P_2O_5 .

2.3. Xác định hàm lượng diphospho pentoxit (P_2O_5) hữu hiệu bằng phương pháp thể tích (phương pháp nhanh).

2.3.1. Nguyên tắc của phương pháp

Hòa tan phân lân canxi magiê bằng dung dịch axit xitric 2%. Kết tủa ion photphat bằng amoni molipdat trong môi trường axit nitric. Hòa tan kết tủa bằng natri hydroxit dư, từ lượng natri hydroxit tiêu tốn để hòa tan kết tủa tính ra hàm lượng diphospho pentoxit (P_2O_5) hữu hiệu.

2.3.2. Thuốc thử và dung dịch

Axit xitric, dung dịch 2 %;

Axit nitric, dung dịch 6 N;

Axit sunfuric, dung dịch 0,1 N;

Kali nitrat, dung dịch 1 %;

Amoni hydroxit, dung dịch 0,3 N;

Phênolphtalêin, dung dịch 1% trong rượu etylic;

Hỗn hợp amoni molipdat; Cân 27 g amoni nitrat, 26,3 g axit xitric, 34 g amoni molipdat, hòa tan vào 855 ml nước cất và khuấy đều để hỗn hợp trên tan hoàn toàn, sau đó cho 127 ml axit nitric đặc vào và đun sôi, nhỏ 1 — 2 giọt diamoni hydrophotphat

10 % để gây mầm kết tủa. Để nguội và lắng trong 24 giờ, lọc qua phễu bằng giấy lọc bằng đỏ.

2.3.3. Cách tiến hành:

Lấy 20 g mẫu thử, sàng qua sàng 0,18 mm. Cân 0,5 g mẫu phân lân canxi magiê đã sấy khô với độ chính xác 0,0002 g cho vào bình tam giác 250 ml khô, có nút nhám. Dùng pipet hút 50 ml dung dịch axit xitric 2 % cho vào bình trên để hòa tan mẫu, dùng tay lắc đều 30 phút, lọc dung dịch (giấy lọc bằng đỏ) qua phễu khô vào cốc khô có dung tích 100 ml.

Hút 10 ml dung dịch lọc cho vào cốc dung tích 250 ml thêm vào 5 ml axit nitric 6 N, đun nóng trên bếp điện, sau đó lấy cốc ra dùng amoni hydroxit 6 N nhỏ vào cho đến khi có kết tủa. Dùng axit nitric 6 N nhỏ vào đến khi kết tủa tan hết. Thêm vào 20 ml nước cất đun dung dịch đến sôi rồi cho từ từ 40 ml dung dịch hỗn hợp amoni molipdat khuấy đều và giữ nhiệt độ này trong 2-3 phút, lấy cốc ra để nguội đến nhiệt độ trong phòng, lọc kết tủa bằng giấy lọc bằng đỏ. Rửa kết tủa bằng kali nitrat đến hết ion H^+ (cách thử: lấy 3 giọt natri hydroxit 0,3 N và 1 giọt phenolphthalêin cho vào 25 ml dung dịch nước rửa, nếu dung dịch không mất màu là được).

Cho kết tủa vào cốc đã tiến hành kết tủa, thêm natri hydroxit 0,3 N để hòa tan kết tủa, khi tan hết thêm dư 3 ml natri hydroxit 0,3 N nữa để hòa tan hoàn toàn. Sau đó cho vào 50 ml nước cất đã đun sôi để nguội, thêm 6 giọt phenolphthalêin 1 %, dùng axit sunfuric 0,1 N chuẩn độ đến khi mất màu hồng.

2.3.4. Tính kết quả

Hàm lượng diphospho pentoxit (P_2O_5) hữu hiệu tính bằng phần trăm (X_1) theo công thức:

$$X_1 = \frac{(N_1V_1 - N_2V_2) \cdot 0,003086}{G} \cdot 100$$

trong đó:

N_1 : nồng độ dung dịch natri hydroxit 0,3 N đã cho vào để hòa tan kết tủa.

V_1 : Thể tích dung dịch natri hydroxit 0,3 N đã tiêu tốn khi hòa tan kết tủa (ml);

N₂: Nồng độ dung dịch axit sunfuric 0,1 N;

V₂: Thể tích dung dịch axit sunfuric 0,1 N đã tiêu tốn khi chuẩn độ (ml);

G: Khối lượng mẫu tương đương dùng để phân tích (g);

2.4. Xác định độ ẩm

2.4.1. Cách tiến hành: Cân khoảng 5 g mẫu phân lân canxi magiê chính xác đến 0,01 g trọng chén cân đã sấy khô đến khối lượng không đổi. Sấy trong tủ sấy ở 105 — 110°C. (khoảng 1 giờ) đến khối lượng không đổi, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ trong phòng, đem cân.

2.4.2. Tính kết quả

Độ ẩm tính bằng % (W) theo công thức:

$$W = \frac{G - G'}{G} \cdot 100$$

trong đó:

G: khối lượng ban đầu của mẫu trước khi sấy, tính bằng g;

G': khối lượng của mẫu sau khi sấy, tính bằng g.

2.5. Xác định độ mịn

2.5.1. Cách tiến hành: Cân khoảng 250 g mẫu đã sấy khô với độ chính xác 0,1 g, đổ mẫu lên sàng lỗ vuông có cạnh 0,18 mm đặt nắp sàng lại và tiến hành sàng đến khi nào không thấy mẫu lọt qua sàng thì thôi.

Cân chính xác phần còn lại trên sàng.

2.5.2. Tính kết quả: Độ mịn tính bằng % (X₂) theo công thức:

$$X_2 = \frac{G - G_1}{G} \cdot 100;$$

trong đó:

G — khối lượng mẫu, tính bằng g;

G₁—Khối lượng phần còn lại trên sàng, tính bằng g;

3. BAO GÓI, GHI NHÃN, VẬN CHUYỂN VÀ BẢO QUẢN

3.1. Bao gói

Phân lân canxi magiê phải bao gói bằng bao giấy ximăng bốn lớp khâu kín. Khối lượng mỗi bao là 50 ± 1 kg, ngoài ra theo

yêu cầu có thể chứa phân lân vào các toa kín, ô tô kín để chở đến nơi tiêu thụ.

3.2. Ghi nhãn

Trên mỗi bao phải có nhãn ghi:

Tên đơn vị sản xuất; ngày tháng sản xuất; tên sản phẩm loại sản phẩm; Khối lượng bao; Ký hiệu và số hiệu tiêu chuẩn này.

3.3. Vận chuyển và bảo quản

Khi vận chuyển cũng như khi bảo quản, phải che mưa nắng cho phân lân và không được làm rách các túi bên trong.

Kho để phân lân phải cao ráo, sạch sẽ.