

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 4440 : 2004

Xuất bản lần 2

SUPE PHOSPHAT ĐƠN

Single super phosphate

HÀ NỘI - 2004

Supe phosphat đơn

Single super phosphate

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử cho supe phosphat đơn, sản xuất bằng phương pháp phân huỷ quặng apatit với axit sunfuric, dùng làm phân bón.

2 Tài liệu viện dẫn

TCVN 1055 – 86 Thuốc thử – Phương pháp chuẩn bị các dung dịch và hỗn hợp phụ dùng trong phân tích.

TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng cho phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật.

3 Yêu cầu kỹ thuật

Các chỉ tiêu chất lượng của supe phosphat đơn được qui định trong bảng 1.

Bảng 1 – Các chỉ tiêu kỹ thuật của supe phosphat đơn

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Ngoại quan	Khô, mịn, không kết khối thành cục
2. Hàm lượng anhydrit phosphoric (P_2O_5) hữu hiệu, %, không nhỏ hơn	16,5
3. Hàm lượng axit tự do (tính chuyển ra P_2O_5), %, không lớn hơn	4,0
4. Độ ẩm, %, không lớn hơn	12,0

4 Phương pháp thử

4.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

4.1.1 Qui định chung

Mẫu thử được lấy từ lô, sao cho đại diện cho cả lô hàng. Lô là khối lượng supe phosphat đơn được sản xuất trong cùng điều kiện, có khối lượng tùy theo nhà sản xuất qui định. Ví dụ, lô có thể là một đồng, một đơn vị vận chuyển (một ô tô, một toa tàu) hoặc một số lượng bao gói nhất định.

Lượng mẫu thử được lấy không ít hơn 1 % khối lượng của lô.

4.1.2 Lấy mẫu từ bao và vật chứa có kích thước nhỏ

Sử dụng ống xiên để lấy mẫu supe phosphat đơn trong bao hoặc trong vật chứa có kích thước nhỏ. Mẫu thử được lấy ngẫu nhiên từ các bao nguyên hoặc vật chứa nguyên.

4.1.3 Lấy mẫu từ đồng hoặc từ phương tiện vận chuyển

Sử dụng dụng cụ lấy mẫu thích hợp (ống xiên hoặc xẻng ...) để lấy mẫu từ đồng hoặc từ phương tiện vận chuyển. Để đảm bảo tính đồng nhất, không lấy mẫu thử ở đỉnh hoặc sát lớp đáy của đồng supe phosphat đơn.

4.1.4 Chuẩn bị mẫu

Trộn đều supe phosphat đơn ở các vị trí đã lấy trong lô, sau đó rút gọn nhiều lần theo phương pháp chia tư để có mẫu trung bình ít nhất là 2 kg.

Chia mẫu trung bình trên thành hai phần bằng nhau, bảo quản trong túi PE kín hoặc thùng nhựa kín. Bên ngoài có nhãn nhận biết:

- mã hiệu mẫu;
- ký hiệu lô và tên cơ sở sản xuất;
- tên người lấy mẫu;
- ngày lấy mẫu.

Lấy một mẫu để phân tích, mẫu còn lại để lưu. Thời gian lưu mẫu không quá 3 tháng.

4.2 Kiểm tra ngoại quan

Dùng mắt thường để đánh giá ngoại quan của supe phosphat đơn theo qui định trong Bảng 1.

4.3 Xác định hàm lượng anhydrit phosphoric hữu hiệu (P_2O_5) bằng phương pháp khối lượng

4.3.1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc kết tủa ion phosphat bằng hỗn hợp muối magiê dưới dạng magiê amoni phosphat và nung, cân kết tủa dạng $Mg_2P_2O_7$.

4.3.2 Hoá chất và thuốc thử

- hóa chất dùng để phân tích phải là loại TKHH hoặc TKPT;
- nước dùng trong phép thử theo TCVN 4581 – 89 (ISO 3696 : 1987), hoặc nước có độ tinh khiết tương đương;
- amoni hydroxit, dung dịch 2,5 %; 10 % và 25 %;
- amoni clorua, tinh thể;
- magiê clorua, tinh thể;
- axit clohydric, dung dịch 20 %;
- axit sunfuric, dung dịch tiêu chuẩn 0,1 N;
- metyl đỏ, dung dịch 0,1 % trong rượu etylic;
- phenolphthalein, dung dịch 1 % trong rượu etylic;
- hỗn hợp magiê kiểm tính: hòa tan 70 g amoni clorua và 55 g magiê clorua trong 500 ml nước, thêm 250 ml dung dịch amoni hydroxit 10 %, thêm nước đến 1 lít, lắc đều, để yên dung dịch trong khoảng 20 tiếng (hoặc qua đêm) rồi lọc;
- axit xitric tinh thể;
- amoni xitrat, dung dịch 50 %: hòa tan 500 g axit xitric trong 500 ml dung dịch amoni hydroxit 25 %. Dung dịch phải trung tính theo metyl đỏ, thêm nước đến 1 lít, lắc rồi lọc;
- amoni hydroxit, dung dịch 10 %. Xác định lượng dung dịch amoni hydroxit 10 % để pha 1 lít dung dịch petecman như sau:

Dùng pipet hút 10 ml dung dịch amoni hydroxit 10 % vào bình định mức dung tích 500 ml đã chứa sẵn 400 ml ÷ 450 ml nước, thêm nước đến vạch, lắc đều. Dùng pipet hút tiếp 25 ml dung dịch đã pha loãng trên vào bình tam giác dung tích 250 ml đã có sẵn 25 ml ÷ 50 ml nước và chuẩn độ bằng dung dịch axit sunfuric 0,1 N với 2 giọt ÷ 3 giọt chỉ thị metyl đỏ đến khi xuất hiện màu hồng.

Lượng amoni hydroxit (X) cần thiết để chuẩn bị 1 lít dung dịch petecman, tính bằng mililit theo công thức:

$$X = \frac{42 \times 10 \times 25}{V \times 0,0014 \times 500}$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch axit sunfuric tiêu chuẩn 0,1 N tiêu tốn để chuẩn độ, tính bằng mililit;

0,0014 là lượng nitơ tương ứng 1 ml dung dịch tiêu chuẩn 0,1 N, tính bằng gam;

42 là lượng nitơ dạng amoni chứa trong 1 ml dung dịch petecman, tính bằng gam.

dung dịch petecman chứa 173 gam axit xitric và 42 gam nitơ dạng amoni trong 1 lít dung dịch được chuẩn bị như sau:

Rót vào bình thủy tinh có vạch mức 1 lít lượng dung dịch amoni hydroxit 10 % (X) đã tính ở trên. Cân 173 g axit xitric vào cốc, hòa tan bằng 200 ml + 250 ml nước nóng, để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng sau đó rót từ từ dung dịch axit xitric qua phễu vào bình chứa dung dịch amoni hydroxit đã được đặt sẵn trong chậu nước để làm nguội dung dịch. Sau khi đã chuyển hết axit xitric vào bình, tráng phễu bằng nước, nước tráng cũng được thu vào bình đựng dung dịch petecman, lắc đều. Để nguội dung dịch, thêm nước đến vạch, lại lắc đều dung dịch và để yên hai ngày trước khi đem sử dụng;

4.3.3 Thiết bị, dụng cụ thử

Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và:

- bình định mức dung tích 250 ml, 500 ml;
- cốc thủy tinh dung tích 250 ml;
- giấy lọc không tàn, băng xanh đường kính 9 cm + 11 cm;
- cối chày sứ;
- bếp cách thủy;
- lò nung.

4.3.4 Chuẩn bị mẫu

Cân khoảng 2,5 g mẫu (ghi khối lượng m), chính xác đến 0,0001 g và nghiền nhỏ trong cối sứ, thêm 25 ml dung dịch petecman và lại tiếp tục nghiền vài phút. Để lắng phần cặn rồi gạn phần dung dịch trong vào bình định mức 250 ml qua phễu thủy tinh. Tiếp tục nghiền thêm ba lần, mỗi lần với 25 ml dung dịch petecman, sau mỗi lần nghiền, tiến hành gạn như trên. Sau đó chuyển toàn bộ cặn trên phễu và trong cối vào bình định mức. Tráng rửa chày, cối, phễu bằng dung dịch petecman vào bình định mức, toàn bộ lượng dung dịch petecman được dùng là 200 ml. Nhúng bình vào bếp cách thủy đã được ổn nhiệt ở nhiệt độ $60 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Sau 15 phút lấy bình ra lắc đều và lại để ổn nhiệt thêm 15 phút nữa. Sau đó lấy ra để nguội đến nhiệt độ phòng

thêm nước đến vạch, lắc đều và lọc qua giấy lọc bằng xanh. Dịch lọc (hỗ phần dung dịch lọc đầu) dùng để xác định P_2O_5 hữu hiệu.

4.3.5 Cách tiến hành

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch đã được chuẩn bị theo 4.3.3 cho vào cốc dung tích 250 ml. Thêm vào cốc 20 ml dung dịch axit clohydric và đun sôi 15 phút + 20 phút. Sau đó thêm nước đến 50 ml. Thêm 10 ml dung dịch amoni xitrat và trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoni hydroxit 10 % theo chỉ thị phenolphthalein. Vừa khuấy vừa thêm vào cốc 35 ml dung dịch hỗn hợp magiê. Sau 10 phút + 15 phút thêm vào 20 ml dung dịch amoni hydroxit 25 % và tiếp tục khuấy thêm 30 phút nữa hoặc để yên dung dịch ít nhất là 4 giờ nhưng không quá 18 giờ. Nếu khuấy liên tục thì sau đó để yên dung dịch 30 phút + 40 phút rồi lọc dung dịch qua giấy lọc không tàn, bằng xanh có đường kính 9 cm + 11 cm.

Chuyển định lượng toàn bộ kết tủa lên giấy lọc, tráng kỹ thành và đáy cốc bằng dung dịch amoni hydroxit 2,5 %, sau đó tiếp tục rửa kết tủa trên giấy lọc thêm 3 + 4 lần nữa. Tổng lượng dung dịch amoni hydroxit dùng để rửa khoảng 100 ml + 125 ml.

Giấy lọc chứa kết tủa được chuyển vào chén nung đã được nung ở nhiệt độ 900 °C + 950 °C đến khối lượng không đổi và đã được cân với độ chính xác 0,0001 g. Tro hóa ở 300 °C + 500 °C đến khi giấy lọc cháy hoàn toàn và tiếp tục nung trong lò ở nhiệt độ 900 °C + 950 °C cho tới khi kết tủa trắng hoàn toàn (nung trong khoảng 30 phút). Lấy chén nung ra, để nguội chén trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0001 g (ghi khối lượng m_1).

Mẫu trắng được tiến hành đồng thời trong cùng một điều kiện với cùng một lượng các dung dịch và thuốc thử nhưng không chứa mẫu cần xác định.

4.3.6 Biểu thị kết quả

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

$$\% P_2O_5 = \frac{(m_1 - m_2) \times 250 \times 0,638}{50 \times m} \times 100$$

trong đó:

- m là khối lượng của mẫu cân, tính bằng gam;
- m_1 là khối lượng kết tủa của mẫu phân tích, tính bằng gam;
- m_2 là khối lượng kết tủa của mẫu trắng, tính bằng gam;
- 0,638 là hệ số chuyển đổi từ $Mg_2P_2O_7$ sang P_2O_5 .

Kết quả của phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử được tiến hành song song, sai lệch cho phép giữa chúng không được vượt quá 0,2 % giá trị tuyệt đối.

4.4 Xác định hàm lượng axit tự do

4.4.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ lượng axit tự do có trong mẫu bằng dung dịch kiềm với sự có mặt của chất chỉ thị màu.

4.4.2 Thuốc thử và dụng cụ

- hóa chất dùng để phân tích phải là loại TKHH hoặc TKPT.
- nước dùng trong phép thử theo TCVN 4581 – 89 (ISO 3696 : 1987), hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.
- natri hydroxit hoặc kali hydroxit dung dịch 0,1 N chuẩn bị theo TCVN 1055 – 86;
- dimetyl vàng, dung dịch 0,04 % trong rượu etylic;
- bình định mức dung tích 250 ml, 500 ml;
- bình nón dung tích 250 ml.

4.4.3 Cách tiến hành

Cân 10 g mẫu (ghi khối lượng m) với độ chính xác đến 0,01 g, cho vào cốc sứ có đường kính 5 cm ÷ 7 cm, tắm ướt bằng nước, nghiền nhỏ. Thêm 10 ml nước, lại nghiền và gạn phần nước qua phễu lọc vào bình định mức dung tích 500 ml. Lặp lại quá trình trên 3 lần, chuyển toàn bộ kết tủa vào bình, tráng phễu, cối bằng nước, thêm nước đến thể tích khoảng 400 ml ÷ 450 ml, đậy nút và lắc đều trong 30 phút. Sau đó thêm nước đến vạch mức, lắc đều, rồi lọc qua giấy lọc khô, bỏ phần dung dịch lọc lúc đầu. Hút 50 ml dung dịch lọc vào bình nón dung tích 250 ml chứa sẵn 100 ml ÷ 150 ml nước. Chuẩn độ bằng dung dịch kiềm 0,1 N với chỉ thị dimetyl vàng cho đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng sáng (ghi thể tích dung dịch kiềm tiêu tốn khi chuẩn độ V).

4.4.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng axit tự do tính chuyển ra P_2O_5 , tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\% P_2O_5 = \frac{V \times 0,0071 \times 500 \times 100}{m \times 50}$$

trong đó

V là thể tích dung dịch kiềm 0,1 N dùng khi chuẩn độ, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam;

0,0071 là lượng P_2O_5 tương ứng với 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 N, tính bằng gam.

4.5 Xác định độ ẩm

4.5.1 Dụng cụ

- chén thủy tinh có nắp, cao 30 mm, đường kính 35 mm hoặc lớn hơn;
- tủ sấy;
- bình hút ẩm;
- cân phân tích với độ chính xác đến 0,0002 g.

4.5.2 Cách tiến hành

Cân 10 g mẫu (ghi khối lượng m) với độ chính xác đến 0,01 g và cho vào chén thủy tinh có nắp, đã được sấy ở nhiệt độ $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ và cân đến khối lượng không đổi với độ chính xác đến 0,0002 g. Mở nắp chén, để chén và nắp vào tủ sấy có nhiệt độ $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 105\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sau 3 giờ, đậy nắp chén lại, lấy ra và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi đem cân, chính xác đến 0,0002 g (ghi khối lượng m_1).

4.5.3 Biểu thị kết quả

Độ ẩm của supe phosphat đơn (X), tính bằng phần trăm (%) theo công thức

$$X = \frac{m - m_1}{m} \times 100$$

trong đó:

- m là khối lượng mẫu cân trước khi sấy, tính bằng gam (g);
- m_1 là khối lượng mẫu cân sau khi sấy, tính bằng gam (g).

5 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử nghiệm cần nêu các thông tin sau:

- các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- các bước tiến hành thử khác với qui định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
- các kết quả thử (trong đó kết quả kiểm tra ngoại quan, xác định hàm lượng anhydrit phosphoric, axit tự do, độ ẩm);
- các tình huống ảnh hưởng đến kết quả thử, nếu có;
- ngày, tháng, năm và người tiến hành thử nghiệm;
- tên phòng thử nghiệm;
- viện dẫn tiêu chuẩn này.

6 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản và vận chuyển

6.1 Supe phosphat đơn được xuất ở dạng rời hoặc được đóng bao. Khối lượng bao tùy theo nhà sản xuất nhưng sai lệch khối lượng không quá $\pm 2\%$. Bao chứa phải đảm bảo bền và cách ẩm.

6.2 Trên vỏ bao hoặc giấy xuất xưởng đi kèm sản phẩm xuất rời phải có các thông tin sau:

- tên sản phẩm;
- tên và/hoặc tên viết tắt hay nhãn hiệu đăng ký, địa chỉ cơ sở sản xuất;
- ngày sản xuất;
- số hiệu lô hàng;
- hàm lượng P_2O_5 hữu hiệu;
- khối lượng bao hoặc đơn vị vận chuyển (toa tàu hay ô tô);
- hướng dẫn bảo quản và sử dụng.

6.3 Supe phosphat đơn phải được để ở nơi khô ráo, có mái che;

6.4 Supe phosphat đơn phải được vận chuyển bằng các phương tiện có che chắn, đảm bảo khô.
