

SUPE PHÔT PHÁT ĐƠN Simple superphosphate	TCVN 4440-87
	Có hiệu lực từ 1-7-1988

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 1447-73 và TCVN 1448-73, áp dụng cho supe photphat đơn, sản xuất bằng pháp phân huỷ quặng apatit (theo TCVN 4298-86) với axit sunfuric, dùng làm phân bón trong nông nghiệp.

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

Các chỉ tiêu hoá lý của supe photphat đơn phải phù hợp với các mức quy định trong bảng.

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Dạng bề ngoài	Khô, mịn, không kết khối thành cục
2. Hàm lượng anhydrit photphat (P_2O_5) hữu hiệu (gồm phần tan trong nước và trong xitrat), tính bằng %, không nhỏ hơn. . .	16,5
3. Hàm lượng axit tự do (tính chuyển ra P_2O_5), tính bằng %, không lớn hơn . . .	4,0
4. Độ ẩm, tính bằng %, không lớn hơn. .	13,0

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Tiến hành lấy mẫu tại lô hàng, ô tô hoặc toa tàu hoả theo TCVN 1694-75, với hệ số chính xác $a = 0,32$.

Dùng xiên để tiến hành lấy mẫu. Trên mỗi lô hàng, toa, hoặc mỗi ô tô lấy mẫu không ít hơn 7 điểm.

Khối lượng tổng cộng của mẫu lấy được ở mỗi lô hàng, toa hoặc ô tô ít nhất là 3,5 kg.

Gộp chung các mẫu đã lấy được. Trộn đều và rút gọn theo phương pháp chia tư đến khoảng 600 4 700 g (mẫu trung bình). Trộn đều mẫu trung bình chia thành ba phần bằng nhau rồi cho vào lọ thuỷ tinh khô, sạch, có nút đậy kín hoặc túi polyetylen dán kín để phân tích; để đưa cho khách hàng và để lưu ít nhất ba tháng, lúc cần đưa ra phân tích trọng tải. Nhân trên lọ, túi đựng mẫu trung bình được ghi theo TCVN 1694-75.

2.2. Các thuốc thử dùng để phân tích, nếu không có qui định gì khác thì phải dùng loại tinh khiết hoá học (TKHH) hoặc tinh khiết phân tích (TKPT).

2.3. Nước cất theo TCVN 2117-77.

2.4. Các phép xác định phải tiến hành song song trên hai lượng mẫu thử. Sai lệch cho phép giữa hai kết quả thử không được vượt quá 0,2 %. Nếu sai lệch vượt quá qui định cho phép phải tiến hành xác định lại lần thứ hai.

2.5. Xác định dạng bề ngoài

Dùng mắt thường để xác định dạng ngoài của supe photphat đơn.

2.6. Xác định hàm lượng anhydrit phosphoric hữu hiệu

2.6.1. Dung dịch và thuốc thử

Axit xitric;

Amoni clorua tinh thể theo TCVN 2841-79;

Amoni hydroxit, dung dịch: 2,5 %, 10 % và 25 %, chuẩn bị theo TCVN 1055-86;

Axit clohidric, $d = 1.19$ theo TCVN 229-78;

Magie clorua tinh thể, theo TCVN 3739-82;

Axit sunfuric, dung dịch 0,1 N, chuẩn bị theo TCVN 1055-85;

Metyl da cam, dung dịch 0,1 %;

Phenolftalein, dung dịch 1 % trong etanola

2.6.2. Chuẩn bị dung dịch

Dung dịch Petecman (thuốc thử 1), trong mỗi lít dung dịch Petecman cần phải có 173 g axit xitric và 42 g nitơ dưới dạng amoni (NH_4^+), chuẩn bị như sau:

Dung dịch amoni hydroxit 10-12 % (dung dịch 1) được chuẩn bị bằng cách pha loãng dung dịch amoni hydroxit 25 % thành hai lần. Dùng phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng nitơ trong dung dịch 1. Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch 1 cho vào bình định mức 500 ml đã chứa sẵn 400 4450 ml nước cất; thêm nước đến vạch mức và lắc đều (dung dịch 2). Lấy vào 3 bình nón 25 ml nước cất và dùng dung dịch axit sunfric 0,1 N chuẩn độ với chỉ thị metyla dacam cho đến khi xuất hiện màu hồng.

Lượng dung dịch amoni hydroxit 10 412 % (X_2) cần thiết để chuẩn bị V_2 lít dung dịch Petecman (thuốc thử 1) tính bằng lít, xác định theo công thức:

$$X_1 = \frac{42. 10 . V_1}{V. 0,0014 .20 .1000} = \frac{15 . V_1}{V}$$

trong đó:

V - thể tích dung dịch axit sunfuric 0,1 N đã dùng để chuẩn độ 25 ml dung dịch 2, tính bằng ml;

V_1 - lượng dung dịch Petecman định chuẩn bị, tính bằng lít;

0,0014- hệ số tính chuyển dung dịch amoni hydroxit 0,1 N ra nitơ.

Hoà tan $V_1 . 173$ g axit xitric với một lượng nước tương ứng (200 4300 ml). Làm lạnh dung dịch rồi rót vào X_1 dung dịch 1, vừa rót vừa làm lạnh sao cho nhiệt độ dung dịch xấp xỉ nhiệt độ phòng. Thêm nước cất vào dung dịch vừa nhận được đến V_1 lắc đều; Để yên hai ngày rồi lọc. Dung dịch hỗn hợp magie (thuốc thử 2); chuẩn bị như sau:

Cân 55 g magie clorua và 70 g amoni clorua với độ chính xác đến 0,01 g, hoà tan vào 500 ml nước cất, thêm 250 ml dung dịch amoni hydroxit 10 %; sau đó thêm nước cất đến 1 lít, lắc đều và lọc.

Amoni xitrat, dung dịch 50 % (thuốc thử 3), chuẩn bị như sau:

Cân 500 g axit xitric với độ chính xác đến 0,01g, hoà tan vào 500 ml dung dịch amoni hydroxit 25 % đến phản ứng trung tính, thêm nước cất đến 1 lít, lắc đều và lọc.

2.6.3. Tiến hành xác định

Cân 2,5 g mẫu với độ chính xác đến 0,0002 g cho vào cối sứ hoặc cối thủy tinh, nghiền nhỏ. Thêm vào 25 ml nước cất và nghiền tiếp. Để lắng, sau đó gạn phần lỏng ở trên lên giấy lọc dày vào bình định mức dung tích 250 ml (bình A) đã chứa sẵn 5 4 6 ml axit clohydric.

Phần bã tiếp tục nghiền như trên khoảng 3 44 lần nữa. Sau mỗi lần nghiền, tiến hành gạn và lọc như trên. Cuối cùng, chuyển toàn bộ phần bã trong cối lên giấy lọc và dùng nước cất để rửa (lượng nước cất rửa khoảng 100 ml). Thêm nước cất đến vạch mức (dung dịch A).

Chuyển phần bã và giấy lọc vào một bình định mức khác dung tích 250 ml (bình B). Thêm vào đó 100 ml dung dịch Petecman(thuốc thử 1). Đậy nút kín và lắc đều cho đến khi giấy lọc nát vụn ra thành từng sợi. Đặt bình B vào máy điều hoà nhiệt độ có nhiệt độ 60 4 1 °C trong 30 phút. Trong quá trình gia nhiệt cần phải lắc hoặc khuấy dung dịch chứa trong bình. Nếu không có điều kiện lắc hoặc khuấy thì sau 15 phút, lấy bình ra lắc kỹ và lại tiếp tục gia nhiệt thêm khoảng 15 phút nữa. Sau đó lấy bình ra, để nguội, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều và lọc qua giấy lọc khô và gấp nhiều lần. Bỏ phần lọc đầu đi.

Dùng pipet lấy ở bình A và bình B mỗi bình 50 ml, cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm vào 25 ml dung dịch Petecman(thuốc thử 1) hoặc 8-10 ml dung dịch amoni xitrat(thuốc thử 3), khuấy đều. Dùng dung dịch amoni hydroxit 25% trung hoà với chỉ thị phenolftalein. Sau đó thêm vào 25 430 ml dung dịch hỗn hợp magiê (thuốc thử 2) và 10 ml dung dịch amoni hydroxit 25 %. Khuấy đều dung dịch trong 30 phút và để yên dung dịch từ 30 460 phút , rồi lọc.

Lọc kết tủa qua giấy lọc dày không tàn và rửa bằng dung dịch amoni hydroxit 2,5 % (lượng dung dịch rửa khoảng 100 ml). Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén nung, sấy, tro hoá và nung ở nhiệt độ 950 41000° C đến khối lượng không đổi.

2.6.4. Tính kết quả

Hàm lượng anhydrit phôtphoric hữu hiệu (X₂), tính bằng %, theo công thức:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0,6379 \cdot 100}{m \cdot 100} = \frac{319 \cdot m_1}{m}$$

trong đó:

m₁- khối lượng kết tủa magiê pirophôtphat (Mg₂ P₂O₇) sau khi nung, tính bằng g;

m- khối lượng mẫu cân, tính bằng g

0,6379- hệ số tính chuyển magiê pirophotphat (Mg₂P₂O₇) ra diphotpho pentoxit (P₂O₅).

2.7. Thuốc thử và dung dịch

Natri hydroxit, dung dịch 0,1 N hoặc kai hydroxit, dung dịch 0,1 N chuẩn bị theo TCVN 1055-86;

Nước cất trung tính (kiểm tra theo chỉ thị dimetyla vàng);

Dimetyla vàng, dung dịch 0,04 % trong etanola.

2.7.2. Tiến hành xác định

Cân 10 g mẫu với độ chính xác đến 0,01 g, cho vào cốc sứ có đường kính 5 4 7 cm, tẩm ướt bằng nước cất, nghiền nhỏ. Thêm 10 ml nước cất, lại nghiền và gạn phần nước bên trên phễu lọc, cho chảy vào bình định mức dung tích 500 ml, làm lại ba mức; tráng phễu, cối bằng nước cất, thêm nước cất đến thể tích khoảng 400 4 450 ml, đậy nút và lắc đều trong 30 phút. Sau đó thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều , rồi lọc qua giấy lọc khô. Bỏ phần dung dịch lọc lúc đầu , còn phần sau thu vào bình nón và lấy ra 50 ml cho vào bình nón khác có dung tích 250 ml đã chứa sẵn 100 4 150 ml nước cất. Chuẩn độ bằng dung dịch kiềm 0,1 N với chỉ thị dimetyla vàng cho đến khi dung dịch chuyển màu vàng sáng.

2.7.3. Tính kết quả

Hàm lượng axit tự do tính chuyển ra P₂O₅ (X₃), tính bằng %, theo công thức:

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0071 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{7,1}{m}$$

trong đó:

V- lượng dung dịch kiềm 0,1 N dùng khi chuẩn độ, tính bằng ml.

m- khối lượng mẫu cân, tính bằng g;

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

2.8. Xác định độ ẩm

2.8.1. Dụng cụ

Chén thuỷ 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.

2.8.2. Tiến hành xác định

Cân 10 g mẫu với độ chính xác đến 0,01 g và cho chén thuỷ tinh có nắp, đã được sấy ở nhiệt độ $100 \pm 5^\circ C$ 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 $100 \pm 5^\circ C$. Sau 3 giờ, đậy nắp chén lại, lấy ra và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi đem cân.

2.8.3. Tính kết quả

Độ ẩm của supe phốt phát đơn (X_4), tính bằng %, theo công thức:

$$X_4 = \frac{m - m'}{m} \cdot 100$$

trong đó:

m- khối lượng mẫu cân trước khi sấy, tính bằng g;

m'-khối lượng mẫu cân sau khi sấy, tính bằng g.

3.BAO GÓI, VẬN CHUYỂN VÀ BẢO QUẢN

3.1. Supe phốt phát đơn cần phải được để ở nơi khô ráo, có mái che.

3.2. Khi bốc dỡ, vận chuyển, cần phải có biện pháp bảo vệ để supe phốt phát khỏi bị ẩm.

3.3. Supe phốt phát đơn phải được vận chuyển bằng các phương tiện có che chắn.

3.4. Mỗi lô hàng xuất xưởng cần phải kèm theo một giấy xác nhận chất lượng phù hợp với yêu cầu của tiêu chuẩn này.

Giấy xác nhận chất lượng phải ghi rõ:

Tên nhà máy sản xuất;

Tên sản phẩm;

Các chỉ tiêu hoá lý;

Số liệu lô hàng;

Khối lượng tinh và thô;

Ký hiệu và số hiệu tiêu chuẩn này,

