

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

DT TCVN 1078:2023

Xuất bản lần 3

PHÂN LÂN NUNG CHẤY

Fused phosphate fertilizers

HÀ NỘI – 2023

Lời nói đầu

TCVN 1078:2023 thay thế TCVN 1078:2018.

TCVN 1078:2023 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 134 *Phân bón* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phân lân nung chảy

Fused phosphate fertilizers

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho phân lân nung chảy được sản xuất bằng cách nung chảy quặng apatit (quặng phosphat hoặc quặng phosphorit) và một số phụ gia sau đó làm lạnh nhanh bằng nước.

Tiêu chuẩn này cũng quy định các tiêu chí đối với phân lân nung chảy sử dụng trong nông nghiệp hữu cơ.

2 Tài liệu viện dẫn

Tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696) *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 9291 *Phân bón – Xác định hàm lượng cadimi tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và nhiệt điện (không ngọn lửa)*

TCVN 9297 *Phân bón – Phương pháp xác định độ ẩm*

TCVN 9486 *Phân bón – Lấy mẫu*

TCVN 10683 (ISO 8358) *Phân bón rắn – Phương pháp chuẩn bị mẫu để xác định các chỉ tiêu hóa học và vật lý*

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Phân lân nung chảy

Phân lân nung chảy phải phù hợp với các yêu cầu quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Các chỉ tiêu hóa lý của phân lân nung chảy

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Hàm lượng phospho hữu hiệu (tính theo P ₂ O ₅), % khối lượng, không nhỏ hơn	15,0
2. Hàm lượng canxi (tính theo CaO), % khối lượng, không nhỏ hơn	26,0
3. Hàm lượng magie (tính theo MgO), % khối lượng, không nhỏ hơn	14,0
4. Cỡ hạt qua sàng lỗ vuông ≤ 5 mm, % khối lượng, không nhỏ hơn	90,0
5. Độ ẩm, % khối lượng, không lớn hơn	1,0
6. Hàm lượng cadimi (Cd), mg/kg, không lớn hơn	12,0

3.2 Phân lân nung chảy dùng trong trồng trọt hữu cơ

Phân lân nung chảy dùng trong trồng trọt hữu cơ phải đáp ứng các tiêu chí sau:

- Phân lân nung chảy có nguồn gốc từ tự nhiên, không sử dụng hóa chất xử lý;
- Chỉ tiêu hóa lý phải phù hợp với các quy định tại Bảng 1, hàm lượng cadimi (Cd) không lớn hơn 80 mg/kg P₂O₅.

4 Phương pháp thử

4.1 Quy định chung

4.1.1 Lấy mẫu

Mẫu được lấy theo TCVN 9486:2018.

4.1.2 Chuẩn bị mẫu

Mẫu được chuẩn bị theo TCVN 10683:2015.

4.1.3 Hoá chất, thuốc thử

Trừ khi có quy định khác, trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các hóa chất, thuốc thử có cấp độ tinh khiết phân tích và nước cất phù hợp với TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là nước).

4.2 Xác định hàm lượng phospho hữu hiệu

4.2.1 Nguyên tắc

Hoà tan phân lân nung chảy bằng dung dịch axit citric 2 %. Kết tủa ion phosphat bằng amoni molipdat trong môi trường axit nitric, dùng amoni hydroxit với lượng dư để hoà tan kết tủa. Sau đó

dùng hỗn hợp magiê kết tủa ion phosphat dưới dạng NH_4MgPO_4 . Lọc, rửa, nung kết tủa $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ và cân, tính ra hàm lượng phospho hữu hiệu (theo P_2O_5).

4.2.2 Hóa chất và thuốc thử

4.2.2.1 Axit citric ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) tinh thể.

4.2.2.2 Dung dịch axit citric 2 %: Hòa tan 2 g axit citric (4.2.2.1) với 98 mL nước, lắc đều.

4.2.2.3 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, ($d = 1,40$).

4.2.2.4 Dung dịch axit nitric 25 %, 1 %

Dung dịch axit nitric 25 %: Lấy 384,6 mL axit nitric đậm đặc (4.2.2.3) hòa tan với khoảng 500 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

Dung dịch axit nitric 1 %: Lấy 15,4 mL axit nitric đậm đặc (4.2.2.3) hòa tan với khoảng 500 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.2.2.5 Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc ($d = 0,907$).

4.2.2.6 Dung dịch amoni hydroxit 2,5 %

Lấy 100 mL amoni hydroxit đậm đặc (4.2.2.5) hòa tan với khoảng 500 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.2.2.7 Dung dịch amoni hydroxit 10 %

Lấy 400 mL amoni hydroxit đậm đặc (4.2.2.5) hòa tan với khoảng 500 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.2.2.8 Amoni nitrat (NH_4NO_3) tinh thể.

4.2.2.9 Dung dịch amoni nitrat 35 %

Hòa tan 350 g amoni nitrat tinh thể (4.2.2.8) với 650 mL nước lắc đều.

4.2.2.10 Amoni molipdat [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] tinh thể.

4.2.2.11 Dung dịch amoni molipdat 3 %

Hòa tan 15 g amoni molipdat tinh thể (4.2.2.10) với 485 mL nước lắc đều.

4.2.2.12 Axit clohydric (HCl) đậm đặc ($d = 1,184$).

4.2.2.13 Dung dịch axit clohydric 6 N

Lấy 500 mL axit clohydric đậm đặc (4.2.2.12) hòa tan với khoảng 300 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.2.2.14 Magiê clorua ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) tinh thể.

4.2.2.15 Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

DT TCVN 1078:2023

4.2.2.16 Dung dịch hỗn hợp magiê

Hòa tan 55 g magiê clorua tinh thể (4.2.2.14), 70 g amoni clorua tinh thể (4.2.2.15) trong 500 mL nước, thêm 250 mL dung dịch amoni hydroxit 10 % (4.2.2.7) lắc đều, để qua đêm rồi lọc.

4.2.2.17 Bạc nitrat (AgNO₃) tinh thể.

4.2.2.18 Dung dịch bạc nitrat 1 %

Hòa tan 1 g bạc nitrat tinh thể (4.2.2.17) với 99 mL nước, lắc đều. Dung dịch được bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.2.2.19 Phenolphthalein (C₂₀H₁₄O₄) tinh thể.

4.2.2.20 Dung dịch phenolphthalein 1 %

Hòa tan 1 g phenolphthalein tinh thể (4.2.2.19) với 50 mL rượu etylic 95 % trong bình định mức dung tích 100 mL. Thêm rượu etylic đến vạch định mức và lắc đều.

4.2.3 Thiết bị và dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

4.2.3.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến $\pm 0,0001$ g.

4.2.3.2 Cân kỹ thuật, có độ chính xác đến $\pm 0,01$ g.

4.2.3.3 Thiết bị đun mẫu có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

4.2.3.4 Bình chứa mẫu, dung tích 100 mL và 250 mL.

4.2.3.5 Giấy lọc, giấy lọc whatman số 1 hoặc tương đương.

4.2.3.6 Rây, có đường kính lỗ 0,5 mm; 1,0 mm.

4.2.3.7 Tủ sấy, có điều chỉnh nhiệt độ.

4.2.3.8 Lò nung, có điều chỉnh nhiệt độ.

4.2.3.9 Bình hút ẩm.

4.2.3.10 Chén cân, bằng thủy tinh hoặc nhôm, có nắp đậy, dung tích khoảng 30 mL.

4.2.4 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,5 g (chính xác đến 0,0001 g) phân lân nung chảy đã được chuẩn bị theo 4.1.2 vào bình nón dung tích 250 mL, có nút nhám đã được sấy khô.

Dùng pipet hút 50 mL dung dịch axit citric 2 % (4.2.2.2) cho vào bình đã chứa mẫu. Lắc với tốc độ khoảng 30 r/min đến 40 r/min, ít nhất trong 60 min, chú ý không để mẫu vón cục hoặc dính lên thành bình. Lọc dung dịch qua giấy lọc vào bình có dung tích 100 mL.

Hút 25 mL dung dịch sau lọc cho vào cốc dung tích 250 mL, thêm 2 mL axit nitric 25 % (4.2.2.4), đun nóng dung dịch đến 80 °C. Dùng dung dịch amoni hydroxit đậm đặc (4.2.2.5) trung hoà cho đến

khi bắt đầu xuất hiện kết tủa trắng. Nhỏ từ từ dung dịch axit nitric 25 % (4.2.2.4) vào hỗn hợp dung dịch cho tới khi kết tủa trắng tan hoàn toàn.

Thêm 2 g amoni clorua tinh thể (4.2.2.15), khuấy cho tan. Thêm vào cốc 10 mL axit nitric đậm đặc (4.2.2.3) và đun trên bếp ở nhiệt độ 200 °C đến khi dung dịch sền sệt. Lấy cốc xuống để nguội, tắm ướt bằng 10 mL nước và 5 mL axit nitric đậm đặc (4.2.2.3). Tiếp tục đun trên bếp ở nhiệt độ 200 °C đến sôi, hạ nhiệt độ của bếp xuống 150 °C và cô mẫu đến khô hoàn toàn. Sau đó để nguội, hòa tan mẫu bằng 50 mL nước và 5 mL axit nitric đậm đặc (4.2.2.3), đun nhẹ trên bếp điện cho tan (không để lâu trên bếp sẽ khó lọc). Lọc, rửa dung dịch qua giấy lọc bằng nước, phần dung dịch dùng để xác định phospho.

Thêm vào dung dịch hỗn hợp 30 mL dung dịch amoni nitrat 35 % (4.2.2.9) và 20 mL dung dịch axit nitric 25 % (4.2.2.4). Đun nóng dung dịch đến nhiệt độ 70 °C đến 80 °C, giữ ở nhiệt độ này, vừa khuấy vừa cho từ từ 50 mL dung dịch amoni molipdat 3 % (4.2.2.11) sao cho nhiệt độ của hỗn hợp hầu như không thay đổi. Khuấy mạnh dung dịch, để yên cho tới khi kết tủa lắng xuống hoàn toàn. Lọc dung dịch qua giấy lọc, rửa kết tủa 3 đến 4 lần bằng dung dịch axit nitric 1 % (4.2.2.4);

Dùng 15 mL dung dịch amoni hydroxit đậm đặc (4.2.2.5) để hoà tan kết tủa, rửa giấy lọc bằng nước cho đến khi hết phản ứng kiềm. Thêm vào dung dịch thu được vài giọt phenolphthalein 1 % (4.2.2.20) và trung hoà bằng axit clohydric 6 N (4.2.2.13) cho tới khi mất màu chỉ thị;

Thêm vào 15 mL dung dịch amoni nitrat 35 % (4.2.2.9) và cho từng giọt amoni hydroxit đậm đặc (4.2.2.5) cho đến khi dung dịch hỗn hợp có màu hồng;

Vừa khuấy vừa thêm từ từ 35 mL dung dịch hỗn hợp magiê (4.2.2.16). Sau 10 min đến 15 min, thêm 20 mL amoni hydroxit đậm đặc (4.2.2.5). Tiếp tục khuấy thêm 30 min, sau đó để yên 30 min đến 40 min (nếu không khuấy thì để yên dung dịch ít nhất là 4 h nhưng không quá 18 h) rồi lọc qua giấy lọc.

Rửa kết tủa lọc được bằng dung dịch amoni hydroxit 2,5 % (4.2.2.6) đến hết phản ứng của ion clorua (Cl^-). Kiểm tra sự hiện diện của ion clorua bằng dung dịch bạc nitrat 1 % (4.2.2.18) cho đến khi không thấy xuất hiện kết tủa trắng;

Chuyển toàn bộ kết tủa và giấy lọc vào chén sứ (đã được nung ở 900 °C ± 50 °C đến khối lượng không đổi và cân với độ chính xác 0,0001 g). Tro hóa ở nhiệt độ ở 300 °C đến 500 °C cho đến khi giấy lọc cháy hoàn toàn, sau đó nung mẫu ở nhiệt độ 900 °C ± 50 °C cho đến khi kết tủa trắng hoàn toàn (khoảng 30 min). Lấy chén nung ra, để nguội chén nung trong bình hút ẩm và cân chính xác khối lượng đến 0,0001 g.

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.

4.2.5 Tính kết quả

Hàm lượng phospho hữu hiệu, tính bằng phần trăm khối lượng P_2O_5 , theo công thức (1):

DT TCVN 1078:2023

$$\%P_2O_5 = \frac{(m_1 - m_2) \times 50 \times 0,6379}{m \times 25} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

m_1 là khối lượng kết tủa của mẫu sau khi nung, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng kết tủa của mẫu trắng sau khi nung, tính bằng gam (g);

m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam (g);

0,6379 là hệ số tính chuyển ra P_2O_5 từ lượng $Mg_2P_2O_7$ thu được sau khi nung;

50 là thể tích dung dịch axit citric 2 % hòa tan mẫu, tính bằng mililit (mL);

25 là thể tích dung dịch mẫu đem phân tích, tính bằng mililit (mL).

4.3 Xác định độ mịn - cỡ hạt

4.3.1 Cách tiến hành

Cân khoảng 250 g mẫu đã sấy khô (chính xác đến 0,01 g). Đổ mẫu lên rây lỗ vuông có cạnh 5 mm. Đậy nắp rây lại và tiến hành rây cho đến khi không thấy mẫu lọt qua rây.

Cân phần còn lại trên rây, chính xác đến 0,01 g.

4.3.2 Tính kết quả

Độ mịn - cỡ hạt (X), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức (2):

$$X = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad (2)$$

trong đó:

m là khối lượng mẫu, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng phần còn lại trên rây, tính bằng gam (g);

4.4 Xác định hàm lượng canxi oxit, magiê oxit

4.4.1 Nguyên tắc

Phân hủy và chuyển hóa canxi oxit, magiê oxit trong mẫu phân bón bằng hỗn hợp axit nitric và axit clohydric đậm đặc. Xác định hàm lượng canxi oxit, magiê oxit trong dung dịch bằng phép chuẩn độ tạo phức với EDTA.

4.4.2 Hóa chất và thuốc thử

4.4.2.1 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, ($d = 1,40$).

4.4.2.2 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, ($d = 1,19$).

4.4.2.3 Axit pecloric (HClO₄) đậm đặc, (d=1,54).

4.4.2.4 Axit sulfuric (H₂SO₄) đậm đặc, (d = 1,84).

4.4.2.5 Dung dịch axit clohydric (HCl) 1:4 theo thể tích

Lấy một phần thể tích axit clohydric đậm đặc (4.4.2.2) hòa tan với 4 phần thể tích nước.

4.4.2.6 Dung dịch axit clohydric (HCl) 1:1 theo thể tích

Lấy một phần thể tích axit clohydric đậm đặc (4.4.2.2) hòa tan với 1 phần thể tích nước.

4.4.2.7 Natri hydroxit (NaOH) tinh thể.

4.4.2.8 Dung dịch natri hydroxit 5 mol/L

Hòa tan 20 g natri hydroxit tinh thể (4.4.2.7) trong 100 mL nước mới chưng cất. Bảo quản trong chai polyetylen.

CHÚ THÍCH 1: Bảo quản kín, tránh bị nhiễm cacbon dioxit của không khí.

4.4.2.9 Kali hydroxit (KOH) tinh thể.

4.4.2.10 Amoni hydroxit (NH₄OH) đậm đặc.

4.4.2.11 Dung dịch amoni hydroxit 1:1 theo thể tích

Lấy một phần thể tích amoni hydroxit đậm đặc (4.4.2.10) hòa tan với 1 phần thể tích nước.

4.4.2.12 Zirconyl clorua (ZrOCl₂. 8H₂O) hoặc zirconyl oxit (ZrO₂) tinh thể.

4.4.2.13 Dung dịch Zr⁴⁺ khoảng 0,025 mol/L

Cân 8,05 g zirconyl clorua tinh thể (4.4.2.12), thêm 100 mL dung dịch HCl 1:1 (4.4.2.6) và khuấy cho tan hết các muối. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 mL, thêm 100 mL dung dịch HCl 1:1 (4.4.2.6) và định mức bằng dung dịch HCl 1:4 (4.4.2.5). Cũng có thể chuẩn bị dung dịch trên bằng cách nung chảy ZrO₂ và K₂S₂O₇.

4.4.2.14 Kali cyanua (KCN) tinh thể.

4.4.2.15 Dung dịch kali cyanua 2 %

Hòa tan 2 g kali cyanua tinh thể (4.4.2.14) trong 98 mL nước.

CẢNH BÁO: Dung dịch kali cyanua là chất cực độc, nên bảo quản trong chai thủy tinh tối màu, không được đổ trực tiếp xuống bồn khi chưa chuyển về hợp chất vô hại.

4.4.2.16 Dung dịch chuẩn EDTA, (C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂.2H₂O) 0,05 mol/L.

4.4.2.17 Natri clorua (NaCl) tinh thể.

4.4.2.18 Calcein (C₃₀H₂₆N₂O₁₃) tinh thể.

DT TCVN 1078:2023

4.4.2.19 Chất chỉ thị calcein

Trộn kỹ 1 g calcein tinh thể (3.4.2.18) và 100 g natri clorua (4.4.2.17).

4.4.2.20 Dung dịch kali hydroxit và kali cyanua

Hòa tan 280 g kali hydroxit tinh thể (4.4.2.9) và 66 g kali cyanua tinh thể (4.4.2.14) trong 200 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.4.2.21 Amoni clorua (NH₄Cl) tinh thể.

4.4.2.22 Dung dịch đệm pH =10,5

Hòa tan 33 g amoni clorua tinh thể (4.4.2.21) trong 200 mL nước, thêm 250 mL amoni hydroxit đậm đặc (4.4.2.10). Định mức đến 500 mL.

4.4.2.23 ETOO (C₂₀H₁₂N₃O₇SNa) dạng bột.

4.4.2.24 Dung dịch chỉ thị ETOO 0,1 %

Hòa tan 0,1 g ETOO (4.4.2.23) dạng bột trong 100 mL rượu etylic 95 %.

4.4.3 Thiết bị và dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

4.4.3.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến $\pm 0,0001$ g.

4.4.3.2 Cân kỹ thuật, có độ chính xác đến $\pm 0,01$ g.

4.4.3.3 Thiết bị đun mẫu có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

4.4.3.4 Bình chứa mẫu, dung tích 100 mL và 250 mL.

4.4.3.5 Giấy lọc, giấy lọc whatman số 1 hoặc tương đương.

4.4.3.6 Rây, có đường kính lỗ 0,5 mm; 1,0 mm.

4.4.4 Cách tiến hành

4.4.4.1 Phân hủy mẫu

Cân khoảng 0,5 g đến 2 g mẫu đã được chuẩn bị theo 4.1.2. Thêm 5 mL axit clohydric đậm đặc (4.4.2.2) và 10 mL axit nitric đậm đặc (4.4.2.1), đun sôi trên thiết bị phân hủy mẫu;

Để nguội, thêm 5 mL axit pecloric đậm đặc (4.4.2.3) và đun nóng cho đến khi xuất hiện khói đậm đặc thì ngừng đun, nhưng không được để khô. Để nguội và hòa tan với 100 mL nước trong cốc 250 mL;

Thêm 100 mL dung dịch Zr⁴⁺ (4.4.2.13) và đun sôi nhẹ trong khoảng 5 min, lọc rửa bỏ kết tủa;

Trung hòa dung dịch sau lọc bằng dung dịch amoni hydroxit 1:1 (4.4.2.11) đến môi trường trung tính (thử bằng giấy pH). Thêm dư 5 giọt dung dịch amoni hydroxit 1:1 (4.4.2.11) để kết tủa hoàn toàn Fe³⁺, Al³⁺... Đun sôi nhẹ dung dịch cho đến khi pH khoảng 7,5. Để nguội, chuyển

dung dịch vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều và lọc, dung dịch thu được (A) dùng để xác định canxi oxit, magiê oxit.

4.4.4.2 Xác định tổng hàm lượng canxi oxit và magiê oxit (chuẩn độ 1)

Lấy một thể tích dung dịch (A) chứa khoảng 9 mg đến 18 mg magiê vào cốc dung tích 250 mL. Trung hòa axit dư bằng dung dịch natri hydroxit 5 mol/L (4.4.2.8), pha loãng dung dịch đến khoảng 100 mL bằng nước.

Thêm 5 mL dung dịch đệm pH = 10,5 (4.4.2.22), thêm 2 mL dung dịch kali cyanua 2 % (4.4.2.15) và 3 giọt chỉ thị ETOO.

Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA 0,05 mol/L (4.4.2.16) cho đến khi màu dung dịch chuyển từ màu đỏ nho sang màu xanh, ghi lại thể tích EDTA (V_1).

Tiến hành xác định mẫu trắng trong cùng một điều kiện với mẫu thử, ghi lại thể tích EDTA tiêu tốn (V_{01})

4.4.4.3 Xác định hàm lượng canxi oxit (chuẩn độ 2)

Hút một thể tích dung dịch (A) tương đương với thể tích hút ở 4.4.4.2 vào cốc dung tích 500 mL. Trung hòa axit dư bằng dung dịch natri hydroxit 5 mol/L (4.4.2.8), pha loãng dung dịch đến khoảng 100 mL bằng nước.

Thêm 10 mL dung dịch KOH/KCN (4.4.2.20), 50 mg chất chỉ thị calcein (4.4.2.19) và khuấy đều.

Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA 0,05 mol/L (4.4.2.16) trên nền màu đen cho đến khi màu dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang màu hồng, ghi lại thể tích EDTA (V_2).

Tiến hành xác định mẫu trắng trong cùng một điều kiện với mẫu thử, ghi lại thể tích EDTA tiêu tốn (V_{02})

4.4.5 Biểu thị kết quả

4.4.5.1 Hàm lượng magiê oxit, tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức (3)

$$\%MgO = \frac{[(V_1 - V_{01}) - (V_2 - V_{02})] \times C_{EDTA} \times 40,31}{10 \times m} \quad (3)$$

trong đó

V_1 là thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn trong phép chuẩn độ 1, tính bằng mililit (mL);

V_2 là thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn trong phép chuẩn độ 2, tính bằng mililit (mL);

V_{01}, V_{02} là thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

C_{EDTA} là nồng độ dung dịch EDTA, tính bằng mol trên lit (mol/L);

m là khối lượng mẫu có mặt trong phần mẫu lấy để chuẩn độ, tính bằng gam (g);

40,31 là khối lượng phân tử của magiê oxit.

DT TCVN 1078:2023

4.4.5.2 Trong trường hợp chuyển đổi sang hàm lượng magiê, tính bằng phần trăm khối lượng, thực hiện theo công thức (4)

$$\% \text{Mg} = \% \text{MgO} \times 0,603 \quad (4)$$

trong đó

0,603 là hệ số quy đổi từ MgO sang Mg.

4.4.5.3 Hàm lượng canxi oxit, tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức (4)

$$\% \text{CaO} = \frac{(V_2 - V_{02}) \times C_{\text{EDTA}} \times 56,08}{10 \times m} \quad (4)$$

trong đó

V_2 là thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

V_{02} là thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

C_{EDTA} là nồng độ dung dịch EDTA, tính bằng mol trên lít (mol/L);

m là khối lượng mẫu có mặt trong phần mẫu được lấy chuẩn độ, tính bằng gam (g);

56,08 là khối lượng phân tử của canxi oxit.

4.4.5.4 Trong trường hợp chuyển đổi sang hàm lượng canxi, tính bằng phần trăm khối lượng, thực hiện theo công thức (5)

$$\% \text{Ca} = \% \text{CaO} \times 0,715 \quad (5)$$

trong đó

0,715 là hệ số quy đổi từ CaO sang Ca.

4.5 Xác định hàm lượng cadimi

Theo TCVN 9291.

4.6 Xác định độ ẩm

Theo TCVN 9297.

5 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất những thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- Kết quả thử nghiệm;

- d) Mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- e) Ngày thử nghiệm.

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

6.1 Bao gói

Phân lân nung chảy được đóng vào bao. Khối lượng bao tùy theo nhà sản xuất nhưng sai lệch khối lượng không quá $\pm 0,5$ %. Bao chứa phân lân nung chảy phải đảm bảo bền và cách ẩm.

6.2 Ghi nhãn

Trên mỗi bao phải có nhãn ghi:

- a) Tên cơ sở sản xuất;
- b) Tên sản phẩm;
- c) Dạng sản phẩm;
- d) Hàm lượng P_2O_5 hữu hiệu, CaO, MgO, SiO_2 , Cd, độ ẩm...;
- e) Ngày sản xuất, hạn sử dụng;
- f) Khối lượng bao;
- g) Viện dẫn tiêu chuẩn này.

6.3 Vận chuyển và bảo quản

Phân lân nung chảy phải được để ở nơi khô ráo, có mái che và vận chuyển bằng các phương tiện có che chắn, đảm bảo khô.
