

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10 TCN 306:1997

PHÂN TÍCH PHÂN BÓN

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH PHOTPHO TỔNG SỐ

(YÊU CẦU KỸ THUẬT)

1. Phạm vi áp dụng:

Các tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định photpho tổng số cho các loại phân như supe photphat, các loại phân phức hợp như amophot, nitrophot, các loại phân hỗn hợp hữu cơ - khoáng, các loại nguyên liệu làm phân như apatit, photphorit...

2. Nguyên tắc:

Nguyên tắc chung là đun ướt mẫu với hỗn hợp cường thủy và xác định hàm lượng photpho trong dung dịch bằng 2 phương pháp:

- Phương pháp đo màu áp dụng cho các trường hợp dung dịch mẫu không màu và không có các ion khác tạo màu vàng với molybdovanadat.
- Phương pháp thể tích dựa theo nguyên lý của phương pháp Lorent-Shoffer ứng dụng cho mọi trường hợp.

3. Thiết bị và thuốc thử.

Theo từng phương pháp.

4. Các phương pháp xác định.

4.1. Phương pháp thể tích.

4.1.1. Nguyên tắc: Trong môi trường axit nitric, axit photphoric tạo thành với amon molypđat kết tủa dạng muối phức dị đa amon photpho molypđat. Kết tủa không hòa tan trong HNO_3 nhưng tan 1 phần trong HCl và H_2SO_4 và hoà tan hoàn toàn trong kiềm.

Sau khi kết tủa hoàn toàn H_3PO_4 , lọc và rửa sạch kết tủa rồi hoà tan kết tủa với 1 thể tích dung dịch chuẩn NaOH dư và chuẩn độ ngược lượng dư NaOH bằng dung dịch chuẩn axit.

4.1.2. Thiết bị và thuốc thử.

4.1.2.1. Thiết bị:

I. Cân phân tích chính xác đến 0,0002g

II. Bếp và bình đốt

III. Bếp cách thủy có khả năng điều chỉnh nhiệt độ

IV. Máy lắc hoặc khuấy

V. Cốc lọc sứ dung tích 30ml lỗ tổ ong mịn hoặc chén Gooch 25ml có khả năng lọc kết tủa mịn.

VI. Buret độ chính xác 0,01 ml

VII. Máy ly tâm

4.1.2.2. Thuốc thử.

I. Dung dịch amon molypđat trong axit nitric: Pha 125g amon molypđat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (pa) vào 1563ml nước đun nóng đến khoảng 50°C , sau đó cho thêm 489ml HNO_3 đậm đặc. Để lắng và gạn lấy phần trong. Đựng trong lọ thủy tinh nút kín.

Trước khi sử dụng cứ 100ml dung dịch molypđat cho thêm 5ml axit nitric đặc rồi lọc nhanh lấy phần trong.

II. Dung dịch NaOH chuẩn không có cacbonat 0,324N (được xác định nồng độ chính xác bằng dung dịch chuẩn axit).

III. Dung dịch chuẩn HCL hoặc HNO_3 0,324N (khi chuẩn độ 20ml dung dịch axit phải bảo đảm tốn $20 \pm 0,02\text{ml}$ dung dịch tiêu chuẩn kiềm).

IV. Hỗn hợp cường thủy: Trộn tỉ lệ v/v (1:3) axit nitric đặc và axit clohydric đặc. Chuẩn bị ngay trước khi sử dụng.

V. Dung dịch amon nitrat: Hoà tan 100g amon nitrat (pa) không P trong nước thành 1 lít dung dịch.

VI. Dung dịch amon hydroxit đặc (pa)

VII. Dung dịch axit nitric pha loãng từ HNO_3 đặc (pa) với nước theo tỉ lệ 1:3 v/v.

VIII. Dung dịch chất chỉ thị màu metyl đỏ: Hoà tan 0,2g metyl đỏ trong 100ml etanol 95%.

IX. Dung dịch chất chỉ thị màu phenolphthalein: 1g phenolphthalein trong 100ml etanol 95%.

X. Nước cất có độ dẫn điện $< 2 \mu\text{s/cm}$, pH không quá 6,5.

4.1.3. Cách xác định.

4.1.3.1. Đun mẫu và chuẩn bị dung dịch mẫu.

- Cân chính xác đến 0,0002g một khối lượng mẫu khoảng 2g cho vào bình đốt (đồng thời tiến hành mẫu trắng).

- Đối với tất cả các loại mẫu: Cho 20-30ml HNO_3 đặc (pa) và đun một cách cẩn thận, đun sôi nhẹ khoảng 30-45 phút cho oxy hoá toàn bộ các chất có thể oxy hoá.

- Để nguội bình và cho thêm 10-20ml hỗn hợp cường thủy. Đun nhẹ một cách cẩn thận cho đến khi dung dịch không có màu hoặc gần như hết màu và trong bình xuất hiện khối trắng đậm đặc.

* Những mẫu ít hoặc không có chất hữu cơ chỉ cần cho 35ml hỗn hợp cường thủy (không cần cho HNO_3 lúc đầu).

** Chú ý: Tuyệt đối không được để khô mẫu. Đối với các mẫu có nhiều chất hữu cơ, khi đun đến mẫu bốc khói trắng (khoảng 170°C) cần thiết phải đun tiếp ít nhất 1 giờ.

- Mẫu sau khi đốt xong, để hơi nguội, thêm vào 50ml nước cất và đun sôi ít phút.

- Chuyển toàn bộ dung dịch và cặn trong bình công phá sang bình định mức 200ml, thêm nước cất đến 200ml (V). Lắc đều. Lọc hoặc để lắng trong.

4.1.3.2. Xác định P_2O_5 trong dung dịch mẫu.

- Dùng pipet lấy 1 thể tích chính xác mẫu (V_1):

Tương ứng với 0,4g mẫu nếu dự đoán mẫu chứa dưới 5% P_2O_5

Tương ứng với 0,2g mẫu nếu dự đoán mẫu chứa dưới 20% P_2O_5

- Thêm 7ml hỗn hợp cường thủy. Thêm từng giọt dung dịch amon hydroxit cho đến khi xuất hiện tủa ở mức có thể hoà tan khi lắc mạnh. Nếu loại dung dịch không tạo tủa với amon hydroxit thì cho amon hydroxit cho đến khi chuyển kiềm nhẹ (thử giấy quì thấy chuyển màu xanh), sau đó axit hoá bằng vài giọt dung dịch axit nitric loãng.

- Pha loãng dung dịch đến 70-100ml và điều chỉnh mẫu ở khoảng $30-40^\circ\text{C}$ (trên bếp cách thủy).

- Cho vào dung dịch 25-30ml dung dịch amon molypđat.

- Lắc hoặc khuấy 30 phút ở nhiệt độ trong phòng.

- Để lắng và sau đó gạn phần nước trong qua cốc lọc sứ.

- Rửa lắng cặn mỗi lần 25-30ml nước amon nitrat, để lắng hoặc ly tâm và gạn nước rửa qua phễu lọc. Rửa nhiều lần cho đến khi nước rửa chảy ra dưới phễu hết axit (thử bằng chỉ thị màu metyl đỏ).

- Cuối cùng cho toàn bộ phễu lọc vào cốc 250ml và cho vào một thể tích dung dịch kiềm chuẩn (dư tối thiểu 3ml). Lắc cốc cho tan hết kết tủa. Ghi chính xác thể tích dung dịch kiềm tiêu chuẩn (chính xác đến 0,01ml).

- Thêm nước cho đến khoảng 100ml, thêm 2-3 giọt chỉ thị màu phenolphthalein và chuẩn độ lượng kiềm dư bằng dung dịch chuẩn axit cho đến khi hết màu hồng. Ghi chính xác thể tích đến 0,01 ml.

4.1.4. Cách tính

Tính % khối lượng P_2O_5 tổng số trong mẫu:

$$\%P_2O_5 = \frac{(a - b) \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}$$

Trong đó:

a: Thể tích dung dịch chuẩn NaOH 0,324N đã sử dụng

b: Thể tích dung dịch chuẩn axit 0,324N đã sử dụng

V: Thể tích toàn bộ dung dịch mẫu (ml)

VI: Thể tích dung dịch mẫu trích để chuẩn độ (ml)

m: Khối lượng mẫu phân (g)

* Trong công thức này 1ml NaOH 0,324N ứng với 1mg P_2O_5

Nếu sử dụng kiềm và axit không đúng 0,324N cần tính trên cơ sở 1mili đương lượng gam NaOH tương ứng 3,1mg P_2O_5 và sử dụng công thức:

$$\%P_2O_5 = \frac{(aN_1 - bN_2) \cdot 3,1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}$$

4.2. Phương pháp đo màu.

4.2.1. Nguyên tắc: Hợp chất photpho trong dung dịch tạo thành với molybdovanadat phức chất màu vàng. Dùng phổ quang kế đo cường độ màu và từ đó suy ra hàm lượng P_2O_5

4.2.2. Thiết bị và thuốc thử

4.2.2.1. Thiết bị:

- Phổ quang kế (spectrophotometer)
- Bình định mức 50ml và 100ml
- Cân phân tích có độ chính xác 0,0002g.

4.2.2.2. Thuốc thử:

I. Dung dịch tiêu chuẩn P:

- Cân chính xác 1,5340g kali dihydro photphat (KH_2PO_4) tinh khiết (pa) đã sấy 2 giờ ở $105^\circ C$ và để nguội trong bình hút ẩm.

- Hoà tan lượng cân vào nước cất sau đó thêm nước cho đủ 200ml trong bình định mức. Lắc đều. Dung dịch có chứa 4mg P_2O_5 /ml.

II. Dung dịch molybdovanadat:

- Hoà tan 40g amon molipđat (pa) trong 400ml nước nóng. Để nguội.
- Hoà tan 2g amon metavăđanat (pa) trong 250ml nước nóng. Để nguội và cho thêm 450ml axit pecloric 70%.
- Cho dung dịch amon molyđđat vào dung dịch amon văđanat. Lắc nhẹ, sau đó thêm nước cất đến 2 lít và lắc đều.

4.2.3. Cách xác định.

4.2.3.1. Đun mẫu và chuẩn bị dung dịch mẫu (như 4.1.3.1.)

4.2.3.2. Chuẩn bị thang tiêu chuẩn và đồ thị chuẩn:

- Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ 0,4mg/ml-1,0mg P_2O_5 /ml. Chuẩn bị 7 bình định mức 100ml và lần lượt cho vào mỗi bình số ml dung dịch tiêu chuẩn 4mg P_2O_5 /ml như sau:

Số TT dung dịch	Nồng độ dung dịch sau khi pha (mg P_2O_5 /ml)	Thể tích dung dịch tiêu chuẩn 4mg P_2O_5 /ml (ml)
1	0,4	10,00
2	0,4	12,50
3	0,6	15,00
4	0,7	17,50
5	0,8	20,00
6	0,9	22,50
7	1,0	25,00

Sau đó thêm nước cho đến vạch mỗi bình và lắc đều.

- Xây dựng thang tiêu chuẩn: Chuẩn bị 7 bình định mức 100ml. Dùng pipet lần lượt lấy 5ml dung dịch của 7 dung dịch tiêu chuẩn đã chuẩn bị cho vào 7 bình định mức theo thứ tự. Những bình định mức này có chứa: 2; 2,5; 3,0; 4,0; 4,5 và 5,0 mg P_2O_5 .

Thêm vào mỗi bình 45ml nước cất và trong vòng 5 phút thêm 20ml dung dịch molyđđovanăđat bằng pipet hoặc biuret và sau đó thêm nước cho đến vạch. Lắc đều. Để yên 10 phút.

- Đo màu trên quang phổ kế từng tiêu chuẩn tại bước sóng 400-420nm.
- Lập đồ thị chuẩn tương quan giữa số đo trên máy với lượng chứa P_2O_5 trong các bình tiêu chuẩn.

4.2.3.3. Xác định hàm lượng P_2O_5 trong dung dịch mẫu:

- Dùng pipet lấy V_1 dung dịch mẫu có chứa khoảng 2-3mg P_2O_5 .
- Tiến hành tạo màu và đo màu trên máy như với dãy tiêu chuẩn (4.2.3.2.)

4.2.3.4. Căn cứ số đo trên máy và dựa vào đồ thị chuẩn suy ra số mg P_2O_5 trong thể tích mẫu so màu.

4.2.4. Cách tính:

Tính % khối lượng P_2O_5 tổng số trong mẫu:

$$\%P_2O_5 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}$$

Trong đó:

ml : Khối lượng P_2O_5 xác định được trong phần trích so màu (mg)

VI : Thể tích dung dịch mẫu trích để so màu (ml)

m : Khối lượng mẫu cân phân tích (g)

V : Thể tích toàn bộ dung dịch mẫu (ml)

1000: Hệ số quy mg thành g

100: Hệ số tính %

Tailieu.vn