



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ
Phương pháp xác định hàm lượng silic dioxit

TCVN 5075-90

(ISO 2817-1974)

Hà Nội

Cơ quan biên soạn:

Trung tâm Tiêu chuẩn - Chất lượng

Cơ quan đề nghị ban hành và trình duyệt:

Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường -
Chất lượng

Cơ quan xét duyệt và ban hành:

Ủy ban Khoa học Nhà nước

Quyết định ban hành số 461/QĐ ngày 25 tháng 08
năm 1990

THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ	TCVN 5075-90
Phương pháp xác định hàm lượng silic dioxit	(ISO 2817-1974)
Tobacco and tobacco products	Khuyến khích
Determination of silica content	áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định 2 phương pháp xác định hàm lượng silic dioxit trong thuốc lá :

- Phương pháp đốt (phương pháp 1)
- Phương pháp nấu ướt (phương pháp 2)

Các phương pháp này áp dụng đối với lá và sợi thuốc lá.

Tiêu chuẩn này hoàn toàn phù hợp với ISO 2817-1974.

1. ĐỊNH NGHĨA

Silic dioxit là chất còn lại của lá hay sợi thuốc lá thu được sau khi đốt và chiết bằng axit clohidric (phương pháp 1) hoặc do cách nấu và đốt (phương pháp 2) trong các điều kiện qui định;

2. LẤY MẪU

2.1. Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 5080-90

2.2. Chuẩn bị mẫu

Làm khô tự nhiên mẫu thí nghiệm cho đến khi hàm lượng nước còn từ 5 đến 9%, nghiền mẫu cho đến khi toàn bộ mẫu lọt qua mặt sàng có kích thước lỗ 2mm. Trộn kỹ mẫu đã được nghiền, tốt nhất dùng máy. Nếu mẫu chưa được đem phân tích ngay mà còn để lại trong vòng 4 ngày hoặc lâu hơn thì phải

được bảo quản ở nhiệt độ từ 0 đến 5°C trong thùng kín khí, miệng rộng và có khả năng trộn đều mẫu bằng cách quay ngược thùng ít nhất 2 lần trước khi lấy mẫu để phân tích.

3. PHƯƠNG PHÁP ĐỐT (PHƯƠNG PHÁP 1)

3.1. Nguyên tắc

Đốt mẫu thử trong không khí ở nhiệt độ 550°C, khử kiềm bằng axit clohidric, đốt lại và cân phần còn lại.

3.2. Thuốc thử

3.2.1. Axit clohidric, 1N

3.2.2. Axit nitric đậm đặc (ρ_{20} 1,42 g/ml)

3.3. Dụng cụ

Những dụng cụ thí nghiệm thông thường nếu không có qui định gì khác và các loại sau :

3.3.1. Cân phân tích

3.3.2. Lò nung thông gió tốt, cho một vùng nhiệt độ đồng đều ở $550 \pm 25^\circ\text{C}$.

3.3.3. Khay sứ hình chữ nhật, chiều dài 50 đến 70 mm, chiều rộng 50 mm, sâu 30 mm, hoặc khay platin có kích thước tương tự.

3.3.4. Bếp điện, có khả năng đạt được 400°C

3.4. Cách tiến hành

3.4.1. Lượng mẫu cân .

Cân khay đã được làm sạch và khô (3.3.3) chính xác đến 0,001g. Lấy từ thùng đựng mẫu khoảng 10g lượng mẫu cân đã được chuẩn bị và rắc đều lên mặt khay. Cân khay và lượng mẫu cân chính xác đến 0,001g. Khối lượng m_1 của lượng mẫu cân được tính chính xác đến 0,001g.

3.4.2. Cách xác định

Đặt khay (3.3.3) có chứa lượng mẫu cân lên bếp điện (3.3.4) và đốt nóng chậm ở nhiệt độ 340 đến 380°C trong tủ hút cho đến khi tro hoá hoàn toàn.

Đưa khay vào lò nung (4.3.2) đã được nung nóng trước tới nhiệt độ $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ và đốt mẫu trong 2 giờ ở nhiệt độ đó, hé mở cửa lò nung để thông gió đều đặn. Lấy khay ra khỏi lò và làm nguội. Nếu thấy than chưa cháy hết thì tiếp tục đốt cho tới khi tro hoá hoàn toàn.

Tắm ướt tro với khoảng 5 ml nước cất.

Đậy khay bằng nắp kính đồng hồ, thêm 40 ml axit clohidric (3.2.1) vào các thành của khay. Rót cẩn thận vài mililit dầu tiên để tránh bốc hơi quá mạnh. Đưa khay vào nồi cách thủy dung sôi và để ở đó trong 30 phút, dùng đũa thủy tinh thỉnh thoảng khuấy nhẹ. Lọc lượng chứa trong khay bằng giấy lọc không tro loại mịn trung bình, chuyển toàn bộ lượng chất trong khay lên giấy lọc. Dùng đũa thủy tinh có bọc cao su ở đầu dây lượng tro còn bám dính ở thành khay xuống giấy lọc. Rửa khay bằng nước cất ấm, chuyển dịch rửa vào giấy lọc. Rửa sạch cẩn thận trên giấy lọc vài lần bằng nước cất ấm.

Chuyển giấy lọc có cặn vào khay sứ. Nhỏ một giọt axit nitric đậm đặc (3.2.2), đốt nóng trên bếp điện để than hóa rồi chuyển khay vào lò nung như trước. Đốt ở nhiệt độ $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ trong 30 phút, để cửa lò hé mở như trước.

Lấy khay ra khỏi lò và làm nguội trong 10 phút. Đưa khay vào bình hút ẩm có chứa silicagen và làm nguội thêm 15 phút. Cân lại khay và chất còn lại chính xác đến 0,01g. Khối lượng tro (m_2) có thể được tính toán chính xác đến 0,001g.

4. PHƯƠNG PHÁP NẤU ƯỚT (PHƯƠNG PHÁP 2)

4.1. Nguyên tắc

Phá hủy các chất hữu cơ của lượng mẫu cân bằng cách đốt nóng với hỗn hợp axit oxy hoá, tách lọc và đốt chất vô cơ còn lại.

4.2. Thuốc thử

4.2.1. Axit nitric đậm đặc (ρ_{20}^4 1,42 g/ml)

4.2.2. Axit pecloric 72% (m/m)

Chú ý : Sự bốc hơi với axit pecloric phải được thực hiện trong tủ hút có thông gió tốt, tủ này phải sạch sẽ và tránh xa các chất dễ cháy và có kết cấu phù hợp để chịu được hơi axit pecloric. Ngoài ra phải có phương tiện chống nổ thích hợp để bảo vệ cho nhân viên thí nghiệm .

4.3. Dụng cụ

Những dụng cụ thí nghiệm thông thường nếu không có qui định gì khác và các loại sau :

4.3.1. Cân phân tích

4.3.2. Lò nung, thông gió tốt, cho một vùng nhiệt độ đồng đều ở $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

4.3.3. Bếp điện có khả năng đạt được 400°C .

4.3.4. Bình tam giác có dung tích 50 ml, làm bằng thủy tinh chịu nhiệt có đầu nối thủy tinh mài.

4.3.5. Bình ngưng, làm lạnh bằng không khí có đầu nối thủy tinh mài.

4.3.6. Chén sứ, đường kính khoảng 40 mm, chiều sâu 20 mm.

4.4. Cách tiến hành

4.4.1. Lượng mẫu cân

Cân bình tam giác đã làm sạch và khô (4.3.4) chính xác đến 0.001g. Cho vào bình khoảng 1g lượng mẫu cân đã được chuẩn bị. Cân lại bình và lượng mẫu cân chính xác đến 0,001g. Khối lượng m_1 của lượng mẫu cân được tính toán chính xác đến 0.001g.

4.4.2. Cách tiến hành

Cho 5 ml axit nitric đậm đặc (4.2.1) vào lượng mẫu cân ở trong bình. Lắc bình để trộn mẫu và để yên 5 phút. Cho 5 ml axit pecloric (4.2.2) vào hỗn hợp trong bình và nối vào bình ngưng không khí hồi lưu (4.3.5). Bình ngưng được dùng để kéo dài phản ứng nấu và làm đông lại cặn silic.

Chuyển hệ bình lên bếp điện (4.3.3) và đun sôi trong tủ hút khói cho tới khi ngừng bốc khói nâu. Tăng nhiệt độ bếp điện để làm sôi nhanh và cô đặc dung dịch cho tới khi thể tích giảm xuống còn 2 + 3 ml. Đưa hệ bình ra khỏi bếp điện và làm nguội. Dùng khoảng 20 ml nước cất nóng để rửa bình ngưng và cổ bình và lọc dịch chứa trong bình qua giấy lọc không tro loại mịn trung bình. Dùng đĩa thủy tinh có bọc cao su ở đầu để đẩy hết các phần chất còn bám dính ở thành bình. Rửa bình và đĩa với nước cất ấm, đổ vào giấy lọc. Cuối cùng rửa lượng thu được trên giấy lọc vài lần bằng nước cất ấm.

Cân chén sứ đã làm sạch và khô (4.3.6) chính xác đến 0,001g. Chuyển giấy lọc và lượng còn lại vào chén. Đặt chén lên bếp điện (4.3.3) ở nhiệt độ khoảng 350°C và đốt nóng cho tới khi giấy lọc bị cháy hết.

Chuyển chén sứ vào lò nung đã được nung nóng trước tới nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$ và đốt ở nhiệt độ này trong 30 phút, hé mở cửa lò nung để thông gió đều đặn.

Lấy chén ra khỏi lò và làm nguội trong 10 phút, chuyển chén sứ vào bình hút ẩm và làm nguội thêm 15 phút. Cân chén và lượng tro còn lại chính xác đến 0,001g. Khối lượng của tro (m_2) được tính chính xác đến 0,001g.

5. XỬ LÝ KẾT QUẢ

Hàm lượng silic dioxit (S) tính bằng phần trăm khối lượng của mẫu cân, xác định theo công thức :

$$S = \frac{m_2 \times 10^4}{m_1 \times (100 - E)}$$

Trong đó :

m_1 - khối lượng của lượng mẫu cân, gam

m_2 - khối lượng của tro, gam

E - Hàm lượng nước tính bằng phần trăm khối lượng của lượng mẫu cân, được xác định theo TCVN 5081-90.

6. BÁO CÁO THỬ NGHIỆM

Báo cáo thử chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo thử cũng ghi rõ các điều kiện thao tác nào không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy ý, cũng như các tình huống có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo này phải bao gồm tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết được đầy đủ về mẫu thử.
