

**TCVN 7251 : 2003**

**THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CLORUA HOÀ TAN**

*Tobacco and tobacco products –*

*Determination of dissoluble chloride content*

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 7251 : 2003 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 126 *Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.



## Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá – Xác định hàm lượng clorua hoà tan

*Tobacco and tobacco products –  
Determination of dissoluble chloride content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng clorua hoà tan có trong thuốc lá và sản phẩm thuốc lá.

### 2 Nguyên tắc

Hàm lượng clorua hoà tan của mẫu thử được xác định bằng phương pháp chuẩn độ với dung dịch bạc nitrat tiêu chuẩn, sử dụng kali cromat làm chỉ thị màu.<sup>1</sup>

### 3 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và đặc biệt là các loại sau :

- 3.1 **Buret**, dung tích 5 ml chia vạch đến 0,05 ml.
- 3.2 **Bình định mức**, dung tích 100 ml; 1 000 ml.
- 3.3 **Chén nung bằng sứ có nắp**, dung tích 25 ml.
- 3.4 **Pipet**, dung tích 20 ml, 50 ml.
- 3.5 **pH-met**.
- 3.6 **Tủ sấy**, có thể duy trì nhiệt độ từ 40°C ÷ 140°C.

<sup>1</sup> Có thể sử dụng phương pháp qui định trong phụ lục A

**3.7 Bếp điện.**

**3.8 Lò nung,** có thể duy trì nhiệt độ ở 460 °C.

**3.9 Máy nghiền mẫu,** có kích thước lỗ  $\leq 0,5$  mm.

**3.10 Giấy lọc nhanh.**

**3.11 Cân phân tích,** có độ chính xác đến 0,1 mg.

**3.12 Rây,** có kích thước lỗ sàng  $\leq 0,5$  mm.

## **4 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác, sử dụng nước cất hai lần không chứa clorua.

**4.1 Nước cất,** có độ dẫn điện nhỏ hơn 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , pH 5,6 – 7,0.

**4.2 Dung dịch natri clorua (NaCl) tiêu chuẩn 0,02N:** Cân chính xác 1,1689 g NaCl tinh khiết đã sấy khô ở 140°C cho vào bình định mức dung tích 1 000 ml (3.2), hoà tan bằng nước (4.1) và thêm nước đến vạch.

**4.3 Dung dịch bạc nitrat (AgNO<sub>3</sub>) tiêu chuẩn 0,02N:** Cân chính xác 3,397 g AgNO<sub>3</sub> cho vào bình định mức dung tích 1 000 ml (3.2), hoà tan bằng nước (4.1) và thêm nước đến vạch. Chuẩn hoá nồng độ bằng cách chuẩn độ với dung dịch NaCl 0,02 N (4.2). Đựng dung dịch trong lọ tối màu, trước khi sử dụng phải chuẩn hoá nồng độ.

**4.4 Dung dịch kali cromat (K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>) 5% pha trong nước.**

## **5 Cách tiến hành**

### **5.1 Chuẩn bị mẫu**

Sấy mẫu ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 40°C đến khô rồi nghiền nhỏ, cho qua rây có kích thước lỗ  $\leq 0,5$  mm. Sau đó bảo quản trong lọ tối màu.

### **5.2 Phân huỷ mẫu**

Cân chính xác 2,0 g mẫu đã được chuẩn bị theo 5.1 cho vào chén nung bằng sứ (3.3).

Tro hoá sơ bộ trên bếp điện (3.7), tránh ngọn lửa cháy bùng, sau đó cho vào lò nung ở nhiệt độ khoảng 460°C (3.8) đến khi cháy hết chất hữu cơ, mẫu chuyển sang màu trắng (nung khoảng 3 giờ).

Để nguội, hoà tan tro bằng 20 ml nước cất (4.1), lọc hỗn hợp cho vào bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch, lắc đều.

Dùng pipet lấy 20 ml dịch lọc cho vào bình định mức và dùng pipet (3.4) thêm từ 3 giọt đến 4 giọt kali cromat (4.4).

Dùng buret (3.1) để chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat tiêu chuẩn ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,02 N (4.3) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu đỏ.

Tiến hành thử mẫu trắng đồng thời với việc phân tích phần mẫu thử, bằng cách dùng tất cả các thuốc thử nhưng sử dụng nước cất thay cho phần mẫu thử.

## 6 Tính toán và biểu thị kết quả

Hàm lượng clorua,  $Cl$ , có trong mẫu được tính theo công thức sau:

$$\%Cl = \frac{(a - b) \times N \times 35,45 \times 100 \times (100/20)}{1000 \times m}$$

$$\%Cl = \frac{(a - b) \times N \times 17,725}{m}$$

trong đó

$a$  là thể tích dung dịch  $\text{AgNO}_3$  tiêu chuẩn đã dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

$b$  là thể tích dung dịch  $\text{AgNO}_3$  tiêu chuẩn đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

$N$  là nồng độ đương lượng của  $\text{AgNO}_3$ ;

1 000 là hệ số chuyển đổi từ gam sang miligam;

$m$  là khối lượng mẫu, tính bằng gam;

35,45 là đương lượng gam của clo;

100/20 là hệ số trích.

Hàm lượng clorua hoà tan có trong thuốc lá được biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%).

## 7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ hàm lượng clorua hoà tan thu được và phương pháp đã sử dụng, cùng với tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

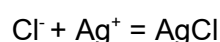
## Phụ lục A

(tham khảo)

### Xác định clorua hòa tan bằng phương pháp chuẩn độ điện thế

#### A.1 Nguyên tắc

A.1.1 Phương pháp này dựa vào phản ứng hoá học tạo thành muối clorua bạc rất ít tan



Mẫu được tro hoá khô sau đó hoà tan trong nước, dung dịch này được xác định trên thiết bị phân tích clo (Chloride Analyzer).

A.1.2 Nguyên lý hoạt động của thiết bị Chloride Analyzer

Cho chính xác một thể tích dung dịch mẫu cần đo (0,5 ml) vào dung dịch đệm axit. Thiết bị Chloride Analyzer tự động chuẩn độ các ion Cl<sup>-</sup> thông qua dòng không đổi đã biết giữa hai điện cực bạc cung cấp các ion Ag<sup>+</sup>. Các ion Ag<sup>+</sup> này kết hợp với các ion Cl<sup>-</sup> trong mẫu tạo thành AgCl ở dạng huyền phù. Trong quá trình chuẩn, các kết quả hiện số được cập nhật 3 giây một lần. Trong giai đoạn này các ion Ag<sup>+</sup> đã được đưa vào mẫu sẽ kết hợp với một đơn vị đo của ion Cl<sup>-</sup>. Khi tất cả các ion Cl<sup>-</sup> kết tủa ở dạng AgCl, thì các ion Ag<sup>+</sup> bắt đầu xuất hiện và độ dẫn điện của dung dịch thay đổi. Sự thay đổi này được phát hiện bằng các điện cực nhạy cảm đồng thời máy ngừng đọc, kết quả hiển thị trực tiếp bằng mg Cl/l hoặc mg % muối.

CHÚ THÍCH 1 – Mẫu clo trong dung dịch phải có ái lực ion thấp, pH trung tính và không chứa các chất phản ứng với Ag<sup>+</sup> (ngoài Cl<sup>-</sup>), không chứa các chất rắn và các chất rắn hoà tan với nồng độ cao.

#### A.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và đặc biệt là các loại sau :

A.2.1 Chén nung bằng sứ có nắp, dung tích 25 ml.

A.2.2 Bình định mức, dung tích 25 ml.

A.2.3 Cốc thuỷ tinh, dung tích 10 ml và 50 ml.

A.2.4 Giấy lọc nhanh.



**A.2.5** Micro pipet, có dung tích 1 000  $\mu$ l.

**A.2.6** Lò nung, có thể duy trì nhiệt độ ở 460°C và nhiệt độ 1 200°C.

**A.2.7** Cân phân tích, độ chính xác đến 0,1 mg.

**A.2.8** Thiết bị MK II Chloride Analyzer 926 hoặc thiết bị chuẩn độ clo bằng điện cực bạc phù hợp.

**A.2.9** Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở 40°C ÷ 110°C.

**A.2.10** Máy nghiền mẫu, có kích thước lỗ rây  $\leq$  0,5 mm.

**A.2.11** Bếp điện.

**A.2.12** Que khuấy.

### **A.3 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác và nước cất hai lần không chứa clo.

**A.3.1** Dung dịch chuẩn 200 ml Cl/I theo NaCl, Sherwood Scientific.

**A.3.2** Dung dịch hỗn hợp đệm axit chứa axit axetic và axit nitric để duy trì pH ổn định cho quá trình chuẩn độ, tạo keo ổn định cho kết tủa và giúp các phản ứng xảy ra ở điện cực.

CHÚ THÍCH 2 – Dung dịch đệm axit là chất ăn mòn nên tránh tiếp xúc trực tiếp với da. Rửa bằng nước những nơi bị tiếp xúc với dung dịch đệm.

Bảo quản dung dịch ở nhiệt độ 25 °C, tránh ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp.

Dung dịch chuẩn luôn luôn phải được đậy nắp kín để không làm thay đổi nồng độ clo của dung dịch.

### **A.4 Cách tiến hành**

#### **A.4.1 Chuẩn bị mẫu thử**

Sấy mẫu ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 40°C cho đến khô rồi nghiền nhỏ, cho qua rây có kích thước lỗ  $\leq$  0,5 mm. Bảo quản trong lọ tối màu.

#### **A.4.2 Phân huỷ mẫu**

Cân chính xác 1,0 g mẫu đã được chuẩn bị theo A.4.1 cho vào chén nung bằng sứ (A.2.1).

Tro hoá sơ bộ trên bếp điện (A.2.11), tránh ngọn lửa cháy bùng, sau đó cho vào lò nung ở nhiệt độ khoảng 460°C (A.2.6) đến khi cháy hết chất hữu cơ, mẫu chuyển sang màu trắng (nung khoảng 3 giờ).

## TCVN 7251 : 2003

Để nguội, hoà tan tro bằng 10 ml nước, lọc hỗn hợp cho vào bình định mức 25 ml ( $V_1$ ) và thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

### A.4.3 Hiệu chỉnh máy

Để đảm bảo độ chính xác của phép đo, trước khi thực hiện đo mẫu, cần hiệu chỉnh máy.

### A.4.4 Đo mẫu

Giữ các điện cực chìm trong cốc, lấy 0,5 ml ( $V_2$ ) dung dịch mẫu cho vào cốc (A.2.3) và ấn nút "titrate". Khi que khuấy dừng, ghi kết quả hiển thị trên màn hình (mgCl/l hoặc mg Cl % muối).

CHÚ THÍCH 3 – Sau khi chuẩn độ được 5 mẫu, đèn báo hiệu sự thay đổi chất phản ứng bật sáng, thì chỉ có thể chuẩn độ thêm được 2 mẫu nữa. Sau đó thay dung dịch đệm (A.3.2) và tiến hành như (A.4.3).

## A.5 Tính toán và biểu thị kết quả

Tính kết quả theo % khối lượng khô của mẫu thử, sử dụng công thức:

$$\%Cl_o = \frac{mgCl \times V_1 \times k \times 100}{V_2 \times m \times 1\,000}$$

trong đó

$mgCl$  là chỉ số đọc trên máy xác định clo;

$k$  là hệ số chuyển đổi về khô kiệt ( $k = \frac{100}{100 - w}$ ;  $w$  là độ ẩm);

$V_1$  là thể tích dung dịch mẫu trong bình định mức, tính bằng mililit;

$V_2$  là thể tích dung dịch mẫu dùng để phân tích, tính bằng mililit;

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

1000 là hệ số chuyển đổi từ gam sang miligam.

Hàm lượng clorua hoà tan có trong thuốc lá được biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%).