

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5076 : 2001;
TCVN 5078 : 2001;TCVN 6935 : 2001;
TCVN 6936/1: 2001 ; TCVN 6936/2 : 2001;
TCVN 6937 : 2001 ; TCVN 6938 : 2001;
TCVN 6941 : 2001 : TCVN 6949 : 2001

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM
VỀ THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ
BAN HÀNH NĂM 2001

HÀ NỘI - 2002

Mục lục

Trang

• TCVN 5076 : 2001 (ISO 2817 : 1999)	Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá - Xác định dư lượng silic dioxit không tan trong axit clohidric	5
• TCVN 5078 : 2001 (ISO 3402 : 1999)	Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá - Môi trường bảo ôn và thử nghiệm	13
• TCVN 6935 : 2001	Thuốc lá sợi tẩu	19
• TCVN 6936/1 : 2001 (ISO 10362/1 : 1999)	Thuốc lá điếu - Xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc - Phần 1: Phương pháp sắc ký khí	25
• TCVN 6936/2 : 2001 (ISO 10362/2 : 1994)	Thuốc lá điếu - Xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc - Phần 2 : Phương pháp karl fischer	33
• TCVN 6937 : 2001 (ISO 6565 : 1999)	Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá - Trở lực của điếu thuốc và độ giảm áp của thanh đầu lọc - Các điều kiện chuẩn và phép đo.	39
• TCVN 6938 : 2001 (CORESTA 43 : 1997)	Thuốc lá sợi - Lá mẫu	57
• TCVN 6941 : 2001 (ISO 4388 : 1991)	Thuốc lá điếu - Xác định chỉ số lưu giữ phần ngưng tụ khói thuốc của đầu lọc - Phương pháp đo phổ trực tiếp	73
• TCVN 6942 : 2001 (CORESTA 31 : 1991)	Thuốc lá - Xác định dư lượng thuốc diệt cỏ pendimethalin (ACCOTAB, Stomp)	79
• TCVN 6943 : 2001 (CORESTA 32 : 1991)	Thuốc lá - Xác định dư lượng thuốc diệt cỏ OFF- SHOOT- T (hỗn hợp N- Alkanol)	83
• TCVN 6944 : 2001 (ISO 4876 : 1980)	Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá - Xác định dư lượng maleic hidrazit	85
• TCVN 6945 : 2001 (CORESTA 34 : 1993)	Giấy cuộn điếu thuốc lá - Xác định xitrat	95
• TCVN 6946 : 2001 (ISO 2965 : 1997)	Các phụ liệu dùng làm giấy cuộn điếu thuốc lá, giấy cuộn đầu lọc và giấy ghép đầu lọc gồm cả vật liệu có vùng thấu khí định hướng - Xác định độ thấu khí	101
• TCVN 6947 : 2001 (CORESTA 45 : 1998)	Giấy cuộn điếu thuốc lá - Xác định phosphat	121
• TCVN 6948 : 2001 (CORESTA 33 : 1998)	Giấy cuộn điếu thuốc lá - Xác định axetat	127
• TCVN 6949 : 2001 (CORESTA 30 : 1991)	Thuốc lá- Xác định dư lượng thuốc diệt cỏ Flumetralin (Prime plus, CGA-41065)	135

Lời nói đầu

- TCVN 5076 : 2001 thay thế TCVN 5076-1990;
TCVN 5076 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 2817 : 1999.
- TCVN 5078 : 2001 thay thế TCVN 5078-1990;
TCVN 5078 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 3402 : 1999
- TCVN 6936/1 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 10362/1 : 1999.
- TCVN 6936/2 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 10362/2 : 1994.
- TCVN 6937 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 6565 : 1999.
- TCVN 6938 : 2001 hoàn toàn tương đương với CORESTA 43 : 1997 "Fine - cut tobacco - Sampling" với các thay đổi biên tập cho phép.
- TCVN 6941 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 4388 : 1991.
- TCVN 6942 : 2001 tương đương với CORESTA 31 : 1991 "Determination of residues of the sukercide Pendimethaline (Accotab Stomp on tobacco) với các thay đổi biên tập cho phép.
- TCVN 6943 : 2001 tương đương với CORESTA 32 : 1991 "Determination of residues of the sukercide Off - Shoot - T (N - Alkanol mixture on tobacco" với các thay đổi biên tập cho phép.
- TCVN 6944: 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 4876 : 1980
- TCVN 6945 : 2001 hoàn toàn tương đương với CORESTA 34 : 1993 " Determination of citrate in cigarette paper" với các thay đổi biên tập cho phép.
- TCVN 6946 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 2965 : 1997.
- TCVN 6947 : 2001 hoàn toàn tương đương với CORESTA 45 : 1998 " Determination of phosphate in cigarette paper" với các thay đổi biên tập cho phép.
- TCVN 6948 : 2001 tương đương với CORESTA 33 : 1993 " Determination of acetate in cigarette paper" với các thay đổi biên tập cho phép.
- TCVN 6949 : 2001 tương đương với CORESTA 30 : 1991 Determination of residues of the sukercide Flumentralin (Prime plus, CGA-41065 on tobacco" với các thay đổi biên tập cho phép.

TCVN 5076 : 2001; TCVN 5078 : 2001; TCVN 6935 : 2001; TCVN 6936/1 ÷ TCVN 6936/2 : 2001;
TCVN 6937 ÷ TCVN 6938 : 2001; TCVN 6941 ÷ TCVN 6949 : 2001 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 Công nghệ và Môi trường ban hành.

Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá -

Xác định dư lượng silic dioxit không tan trong axit clohidric

Tobacco and tobacco products – Determination of silicated residues insoluble in hydrochloric acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định phần trăm tạp chất silic dioxit không tan trong axit clohidric, đặc biệt là cát trong thuốc lá (lá thuốc lá, thuốc lá sợi, thuốc lá đã tách cọng và bụi) và các sản phẩm thuốc lá.

Phương pháp này dùng để nhận biết tỷ lệ dư lượng tạp chất silic dioxit trong các trường hợp sau :

- để kiểm tra độ sạch khi mua lá thuốc lá;
- trước khi chế biến thuốc lá và các sản phẩm thuốc lá.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

ISO 565 Test sieves – Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet – Nominal sizes of openings (Sàng thử nghiệm – Lưới đan kim loại, lưới đục lỗ và tấm đúc điện. Kích thước lỗ danh định).

TCVN 5080 – 90 (ISO 4874) Thuốc lá nguyên liệu. Lấy mẫu – Nguyên tắc chung.

ISO 6488-1 Tobacco – Determination of water content – Part 1 : Karl Fischer method (Thuốc lá – Xác định hàm lượng nước – Phần 1 : Phương pháp Karl Fischer).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau :

3.1 Dư lượng silic dioxit không tan trong axit clohidric (Hydrochloric-acid-insoluble silicated residues) : Vật chất còn lại của lá thuốc lá, thuốc lá sợi, thuốc lá mảnh và bụi thu được sau khi nung thành tro và chiết chất hoà tan trong axit clohidric dưới các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được nung thành tro ở nhiệt độ $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tro được ngâm chiết bằng axit clohidric, sau đó được nung lại ở $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cân lượng còn lại.

5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit clohidric, $c(\text{HCl}) = 4\text{ mol/l}$.

6 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và các dụng cụ sau :

6.1 Lò múp, thông gió tốt, có thể điều chỉnh nhiệt độ ở $350\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ và $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.2 Chén nung đáy phẳng, miệng rộng, bằng sứ hoặc bạch kim, có dung tích và kích thước thích hợp với thể tích của phần mẫu thử. Nhìn chung, chén nung có đường kính từ 50 mm đến 70 mm và chiều cao 30 mm là phù hợp.

6.3 Sàng, kích thước lỗ 2 mm, phù hợp với ISO 565.

6.4 Giấy lọc nhanh, cứng, không tro. ¹⁾

6.5 Cân phân tích, có độ phân giải 0,0001 g.

6.6 Bộ trộn.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu phải được thực hiện theo TCVN 5080 - 90 (ISO 4874).

¹⁾ Thực tế cho thấy giấy lọc loại Whatman số 540 là thích hợp.

Giấy lọc Whatman số 540 là tên thương mại của sản phẩm do hãng Whatman cung cấp. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và tổ chức ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương đương nếu chúng cho kết quả tương tự.

Cỡ mẫu phòng thử nghiệm phải đủ lớn để đảm bảo đại diện cho mẻ.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Làm khô mẫu cho dễ nghiền, nếu cần. Hàm lượng nước tối đa là 12%.

Nghiền mẫu phòng thử nghiệm cho đến khi tất cả mẫu lọt hết qua sàng (6.3).

Trộn kỹ mẫu đã nghiền, tốt nhất là trộn bằng phương pháp cơ học.

Nếu trong vòng 4 ngày sau khi chuẩn bị mẫu xong mà chưa phân tích thì nên bảo quản mẫu ở nhiệt độ từ 0 °C đến 5 °C trong hộp đựng miệng rộng, kín khí, có đủ dung tích để trộn đều mẫu bằng cách đảo chiều hộp đựng ít nhất hai lần trước khi mẫu được lấy ra để phân tích.

9 Xác định hàm lượng nước

Lấy phần mẫu thử từ mẫu đã chuẩn bị trong điều 8 và xác định hàm lượng nước theo mô tả trong ISO 6488-1.

Biểu thị phần khối lượng ẩm (hàm lượng nước) của mẫu, w_1 , bằng phần trăm.

10 Cách tiến hành

10.1 Phần mẫu thử

Cân chén nung sạch (6.2) đã sấy khô ở nhiệt độ $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, chính xác đến 0,001 g.

Lấy khoảng 10 g mẫu thử đã chuẩn bị (điều 8) từ hộp đựng và dàn đều trên đáy chén nung.

Cân chén cùng với phần mẫu thử chính xác đến 0,001 g.

Sau đó trừ đi khối lượng của chén rỗng không chứa mẫu để có được khối lượng phần mẫu thử (m_1).

10.2 Tiến hành xác định

Đặt chén nung chứa phần mẫu thử (10.1) vào lò múp (6.1) và đốt đến nhiệt độ $350\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ cho đến khi phần mẫu thử cháy hết thành tro, không còn tý khói nào nữa.

Tăng nhiệt độ của lò múp đến $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, để khoảng 30 phút. Để nguội đến $350\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ và lấy chén nung ra khỏi lò. Sau khi đã nguội đến nhiệt độ môi trường, thêm từ từ 40 ml axit clohidric (5.1), để axit chảy xuống theo thành chén.

Chú ý : Một vài mililit đầu được cho vào chén một cách cẩn thận để tránh sôi mạnh.

Dùng đĩa thủy tinh khuấy nhẹ liên tục trong khoảng 10 min. Lọc lượng chứa trong chén qua giấy lọc (6.4). Thu lấy phần còn lại trên giấy lọc. Dùng đĩa thủy tinh đầu được bọc bằng cao su để lấy hết phần còn bám trên thành chén. Tráng chén bằng 25 ml nước và lọc. Rửa cẩn thận phần còn lại trên giấy lọc vài lần bằng 25 ml nước cho đến pH trung tính.

Đặt giấy lọc cùng phần còn lại vào chén nung (6.2) và chuyển chén nung vào lò múp (6.1), nhiệt độ của lò không được thấp hơn 200 °C. Đốt đến 650 °C ± 50 °C trong 30 min. Để nguội đến 350 °C ± 50 °C. Lấy chén nung ra khỏi lò, đặt vào bình hút ẩm chứa silica gel và để nguội đến nhiệt độ môi trường. Cân chén cùng phần còn lại chính xác đến 0,001 g.

Tính khối lượng của phần còn lại (m_2).

11 Biểu thị kết quả

Dư lượng silic dioxide không tan trong axit clohidric, w , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức :

$$w = \frac{m_2}{m_1 \left(1 - \frac{w_1}{100} \right)} \times 100\%$$

trong đó

w_1 là phần khối lượng nước của phần mẫu thử được xác định theo điều 9, tính bằng phần trăm;

m_1 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng phần còn lại, tính bằng gam.

12 Độ chụm

12.1 Thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được đưa ra trong phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và thành phần khác với các giá trị đã đưa ra.

12.2 Độ lặp lại (r)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập thu được khi sử dụng cùng phương pháp, thực hiện trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, tiến hành trong khoảng thời gian ngắn không quá 5% các trường hợp lớn hơn :

mức 0% : $r = 0,12$

mức 5% : $r = 0,35$

mức 10% : $r = 0,47$

12.3 Độ tái lập (R)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập thu được khi sử dụng cùng phương pháp, thực hiện trên vật liệu thử giống hệt nhau, do các người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau không quá 5% các trường hợp lớn hơn :

mức 0% : $R = 0,12$

mức 5% : $R = 0,83$

mức 10% : $R = 1,73$

13 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ :

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này (đặc biệt là nhiệt độ nung nếu khác với $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$), hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với mọi chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu độ lặp lại được kiểm tra, nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(tham khảo)

Thử liên phòng thử nghiệm

Một nghiên cứu cộng tác quốc tế gồm 12 phòng thử nghiệm tham gia do tiểu ban ISO/TC126/SC1 thực hiện năm 1996, tiến hành trên 4 mẫu và lặp lại 5 lần. Các kết quả thu được theo phân tích thống kê phù hợp với TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725-2) [1] cho các số liệu chính xác như trong bảng A.1.

**Bảng A.1 – Các kết quả thống kê của thử liên phòng
(đốt ở nhiệt độ 650 °C ± 50 °C)**

	Tỷ lệ silic dioxit bị lẫn vào thuốc lá		
	0%	5%	10%
Số phòng thử nghiệm tham gia sau khi loại trừ ngoại lệ	7	9	10
Giá trị trung bình của dư lượng silic dioxit, tính theo chất khô, %	0,51	5,56	10,33
Độ lệch chuẩn lặp lại, s,	0,04	0,12	0,17
Hệ số biến thiên lặp lại, %	8,21	2,22	1,61
Giới hạn lặp lại, r (2,8 s _r)	0,12	0,35	0,47
Độ lệch chuẩn tái lập, s _R	0,04	0,29	0,61
Hệ số biến thiên tái lập, %	8,21	5,30	5,92
Giới hạn tái lập, R (2,8 s _R)	0,12	0,83	1,73
Chú thích – Các kết quả trên đây thu được ở nhiệt độ đốt ở nhiệt độ 650 °C ± 50 °C là nhiệt độ được chấp nhận trong tiêu chuẩn này. Tuy nhiên, các thử nghiệm liên phòng thử nghiệm so sánh cho thấy các kết quả thu được khi mẫu được đốt ở nhiệt độ 850 °C ± 50 °C theo thống kê không chênh lệch ở mức xác suất 95%.			

Phụ lục

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910 -2 : 2001 (ISO 57225-2 : 1994) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2 : Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.
- [2] TCVN 5958 : 1995 (ISO/IEC Guide 25 : 1990) Yêu cầu chung về năng lực của phòng hiệu chuẩn và thử nghiệm.
-