

Giấy cuộn điều thuốc lá – Xác định phosphat

Cigarette paper – Determination of phosphate

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng phosphat trong tất cả các loại giấy cuộn điều thuốc lá.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

ISO 186 : 1994 Paper and board – Sampling to determine average quality (Giấy và cactông – Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình).

ISO 187: 1990 Paper, board and pulps – Standard atmosphere for conditioning and testing and procedure for monitoring the test atmosphere and conditioning of samples (Giấy, cactông và bột giấy – Môi trường chuẩn để điều hoà và thử nghiệm).

ISO 287 : 1985 Paper and board – Determination of moisture content – Oven-drying method (Giấy và cactông – Xác định độ ẩm – Phương pháp dùng tủ sấy).

TCVN 6910 - 2 : 2001 (ISO 5725-2:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của các phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2 : Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.

3 Định nghĩa

Phosphat là các muối của axit orthophosphoric. Phosphat trong giấy cuộn điều thuốc lá ảnh hưởng đến bề ngoài của tàn thuốc và tốc độ cháy của giấy cuộn điều, do đó ảnh hưởng đến số hơi hút của điều thuốc. Phosphat thường được bổ sung vào giấy cuộn điều dưới dạng dinatri hidro phosphat hoặc mono amoni dihidro phosphat.

4 Nguyên tắc

Các ion phosphat (PO_4^{3-}) phản ứng với amoni vanadat và amoni heptamolybdat trong dung dịch axit tạo thành phức chất axit phosphoric vanadat molybdenum màu vàng mà có thể đo được bằng phương pháp so màu.

5 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

5.1 Thiết bị, dụng cụ

- cân phân tích có độ chính xác đến 0,001 g;
- máy so màu phân quang UV, hai chùm tia;
- cuvet bằng thủy tinh hoặc chất dẻo, có chiều dài đường quang 10 mm;
- micro pipet;
- pipet dung tích 50 ml;
- bình định mức dung tích 50 ml và 100 ml.

5.2 Thuốc thử

- nước cất;
- axit clohidric 1 mol/l;
- giấy lọc không tro;
- thuốc thử loại tinh khiết.

Chú thích – Thuốc thử sẽ giảm chất lượng theo thời gian do ảnh hưởng của nhiệt độ và ánh sáng. Phải kiểm tra định kỳ độ nhạy của thuốc thử.

Nên sử dụng các dung dịch thuốc thử chứa amoni vanadat và amoni heptamolybdat làm thuốc thử loại tinh khiết. Các bộ thuốc thử này có sẵn từ các hãng cung cấp khác nhau (thí dụ : E.MERCK, Darmstadt).

6 Dung dịch tiêu chuẩn

6.1 Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn để lập đường chuẩn

Sử dụng các dung dịch tiêu chuẩn chứa (0, 5, 10, 15, 20) mg PO_4^{3-} trong 50 ml axit clohidric 0,5 mol/l để hiệu chuẩn thiết bị. Các phosphat khác có thể được sử dụng, thí dụ : dinatri phosphat, kali phosphat, monoamoni phosphat hoặc axit phosphoric, tất cả đều là loại tinh khiết phân tích.

Khối lượng của các muối phosphat có nồng độ 20 mg PO_4^{3-} trong 50 ml như sau :

	Khối lượng theo mol (g/mol)	Khối lượng (mg/50 ml)
KH_2PO_4	136,09	28,66
$\text{K}_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	266,32	56,09
$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	380,12	80,05
Na_2HPO_4	141,96	29,90
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	132,06	27,81
PO_4^{3-}	94,97	

Chuẩn bị 5 dung dịch có nồng độ từ 0 mg PO_4^{3-} trong 50 ml đến 20 mg PO_4^{3-} trong 50 ml trong axit clohidric 0,5 mol/l tương đương với 0% - 2% (m/m) phosphat trong giấy cuốn điều. Thực hiện sáu phép đo lặp lại cho mỗi điểm hiệu chuẩn.

Hàm lượng (PO_4^{3-}) trong dung dịch (%) (m/m)	Hàm lượng (PO_4^{3-}) trong giấy cuốn điều (%) (m/m)
0	0
0,01	0,5
0,02	1,0
0,03	1,5
0,04	2,0

Chuẩn bị mẫu trắng :

Dùng pipet lấy 1 ml thuốc thử loại tinh khiết và 3 ml axit clohidric 0,5 mol/l cho vào cuvet.

6.2 Đo các dung dịch tiêu chuẩn

Dùng pipet lấy 1 ml thuốc thử loại tinh khiết, 2,5 ml axit clohidric 0,5 mol/l và 0,5 ml dung dịch tiêu chuẩn cho vào cuvet. Sau khoảng 5 phút có thể đo độ hấp thụ trên máy so màu phân quang UV ở bước sóng 430 nm. Thực hiện sáu phép đo lặp lại cho mỗi điểm hiệu chuẩn.

7 Cách tiến hành

Chuẩn bị và đo mẫu giấy.

7.1 Chuẩn bị

- cân khoảng 1 g giấy cuốn điều xé nhỏ đã được bảo ôn theo ISO 187 cho vào bình nón dung tích 100 ml và hiệu chỉnh số đọc hệ số hấp thụ của máy so màu phân quang UV đến 1,000 g giấy cuốn điều;
- thêm 50 ml axit clohidric 0,5 mol/l;
- để dung dịch huyền phù của giấy trong axit clohidric 0,5 mol/l, ở nhiệt độ phòng trong khoảng 20 phút (để [ở tư thế đứng, khuấy hoặc xoay bình]);
- sau 20 phút, lọc huyền phù qua giấy lọc không tan;
- dùng dịch lọc để xác định PO_4^{3-} bằng phép so màu phân quang.

7.2 Đo mẫu giấy

Dùng pipet hút 1 ml thuốc thử loại tinh khiết, **a** ml axit clohidric 0,5 mol/l và **b** ml dung dịch thử cho vào cuvet (**a** ml + **b** ml = 3 ml) và sau khoảng 5 phút dùng máy so màu phân quang UV để đo độ hấp thụ ở bước sóng 430 nm.

Chọn **a** ml và **b** ml dung dịch thử sao cho độ hấp thụ nằm ở khoảng 1/4 của đường chuẩn. Hàm lượng PO_4^{3-} của giấy cuốn điều có thể đọc được từ đường chuẩn khi độ hấp thụ đã được hiệu chỉnh đến 0,5 ml dung dịch thử.

8 Độ lặp lại và độ tái lập

Một thử nghiệm cộng tác (gồm 8 phòng thí nghiệm tham gia/mỗi phòng lặp lại sáu lần) bao trùm dải nồng độ phosphat trong giấy cuốn điều 0,2% – 1,0% (m/m) cho các kết quả sau :

r = độ lặp lại

R = độ tái lập

xem TCVN 6910 - 2 : 2001 (ISO 5725 - 2 : 1994).

PO_4^{3-} trung bình (%) (m/m)	1,70	0,68	0,95
r (%)	0,06901	0,04056	0,02703
R (%)	0,196	0,102	0,129

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm :

- ngày thử nghiệm;
- nhận biết về vật liệu (tên nhãn, tên nhà cung cấp...);
- phải nêu qui trình lấy mẫu nếu qui trình đó khác với ISO 186 : 1994;
- phải nêu các thông số về điều kiện bảo ôn nếu khác với ISO 187 : 1990;
- phần trăm PO_4^{3-} trong giấy cuộn điều tính theo giá trị trung bình, độ lệch chuẩn và số phép đo lặp lại;
- loại giấy cuộn (giấy cuộn, giấy mảnh để cuộn bằng tay...).

Chú thích – Khi các mẫu giấy được lấy từ các điều thuốc thì kết quả có thể bị ảnh hưởng bởi các tham số bên ngoài (thí dụ : các chất phụ gia trong phối trộn thuốc lá).
