

TCVN 7256 : 2003

**THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ – XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG CANXI TỔNG SỐ VÀ MAGIÊ TỔNG SỐ**

Tobacco and tobacco products –

Determination of total calcium and magnesium contents

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 7256 : 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 canxi tổng số và magiê tổng số

Tobacco and tobacco products – Determination of total calcium and magnesium contents

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng canxi tổng số và magiê tổng số trong thuốc lá và sản phẩm thuốc lá.

2 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng canxi tổng số và magiê tổng số theo phương pháp chuẩn độ tạo phức với EDTA.

Hàm lượng canxi tổng số và magiê tổng số được xác định tại pH bằng 10 với chỉ thị màu eriochro - đen T, sau đó xác định canxi tại pH bằng 13 với chỉ thị màu fluorexon.

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

3.2 Lò nung, có thể duy trì nhiệt độ ở 500 °C.

3.3 Chén nung có nắp, dung tích 25 ml.

3.4 Bếp điện.

3.5 Bình định mức, dung tích 50 ml; 1 000 ml.

TCVN 7256 : 2003

3.6 Pipet, dung tích 20 ml.

3.7 Buret, dung tích 25 ml chia vạch đến 0,1 ml.

3.8 Bình nón, dung tích 150 ml; 250 ml.

3.9 Tủ sấy, có thể duy trì được nhiệt độ từ $40^{\circ}\text{C} \div 110^{\circ}\text{C}$.

3.10 Cốc thuỷ tinh chịu nhiệt, dung tích 50 ml; 100 ml.

3.11 Giấy lọc nhanh.

3.12 Máy nghiền mẫu.

3.13 Nồi cách thuỷ.

3.14 Rây, có kích thước lỗ sàng $\leq 0,5\text{ mm}$.

3.15 Mặt kính đồng hồ.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác, và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

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

4.2 Chỉ thị màu fluorexon hoặc murexit.

Hỗn hợp 40 g K_2SO_4 nghiền nhỏ với 1 g bột fluorexon.

4.3 Dung dịch kali hydroxit (KOH) 10 % : Hoà tan 100 g KOH trong 900 ml nước cất (4.1).

4.4 Dung dịch tiêu chuẩn trilonB 0,02 N (muối dinatri của axit etylenđiamin tetraaxetic).

Cân chính xác 3,722 g trilonB ($\text{Na}_2\text{H}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4\text{N}_2(\text{CH}_2)_2.2\text{H}_2\text{O}$) tinh khiết hoà tan trong nước (4.1) chuyển vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch.

4.5 Dung dịch đệm pH bằng 10: Hoà tan 67,5 g NH_4Cl trong 200 ml nước, thêm khoảng 570 ml NH_4OH 5%, để điều chỉnh pH đến 10, thêm nước (4.1) đến 1 000 ml. Dung dịch được kiểm tra lại trước khi sử dụng.

4.6 Chỉ thị màu eriocrom đen -T: Hoà tan 0,2 g eriocrom đen -T trong 50 ml etanol có chứa 2 g hydroxyamin clorua. Đựng dung dịch trong lọ tối màu. (Có thể sử dụng hỗn hợp khô gồm 0,2 g eriocrom đen - T với 40 g bột K_2SO_4 , nghiền nhỏ).

4.7 Dung dịch kali xyanua (KCN), 1 %.

4.8 Dung dịch axit clohydric (HCl), 1 N.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị

5.1.1 Chuẩn bị mẫu: Sấy mẫu ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 40 °C đến khô rồi nghiền, cho qua rây (3.14). Bảo quản trong lọ tối màu.

5.1.2 Phân huỷ mẫu

Cân khoảng 1,0 g mẫu đã được chuẩn bị theo 5.1.1 cho vào chén nung bằng sứ có nắp (3.3).

Tro hoá sơ bộ trên bếp điện, tránh ngọn lửa cháy bùng, sau đó cho vào lò nung ở nhiệt độ khoảng 500 °C (3.2) đến khi cháy hết chất hữu cơ, mẫu chuyển sang màu trắng (nung khoảng 3 giờ).

Chuyển tro sang cốc thuỷ tinh chịu nhiệt (3.10) với 10 ml dung dịch HCl 1 N (4.8), tráng sạch chén nung bằng nước từ 3 lần đến 4 lần, mỗi lần 2 ml và đun cốc trên nồi cách thuỷ khoảng 30 phút (đậy bằng mặt kính đồng hồ).

Lọc qua giấy lọc (3.11), thu dung dịch vào bình định mức 50 ml. Rửa qua giấy lọc 2 lần đến 4 lần, mỗi lần khoảng 10 ml nước nóng, sau khi nguội thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

5.1.3 Chuẩn bị hai mẫu song song

Lấy 20 ml dung dịch mẫu đã chuẩn bị ở (5.1.2) cho vào hai bình nón dung tích 150 ml (3.8). Trung hoà dung dịch mẫu bằng KOH 10% cho đến khi pH = 7.

Thêm nước cho đến khoảng 50 ml.

5.2 Tiến hành xác định

5.2.1 Xác định canxi tổng số trong bình thứ nhất

5.2.1.1 Cách tiến hành

TCVN 7256 : 2003

Cho thêm 2 ml KOH 10 % (pH=13), thêm tiếp 50 mg hỗn hợp chỉ thị màu fluorexon K_2SO_4 hoặc murexit, lắc đều.

Chuẩn độ dung dịch trên bằng dung dịch tiêu chuẩn trilonB (C_1) cho đến khi tắt huỳnh quang lục sáng màu hồng trên nền đen và chuyển từ màu hồng sang màu tím hoa cà, khi dùng chất chỉ thị là murexit.

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 thay cho phần mẫu thử.

5.2.1.2 Tính kết quả

Hàm lượng canxi, c_{Ca} , trong mẫu khô kiệt được tính theo công thức sau:

$$c_{Ca} = \frac{(a - b) \times N \times 20 \times V \times k}{v' \times m \times 10}$$

trong đó

m là khối lượng mẫu, tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch mẫu (5.1.2), tính bằng mililit;

v' là thể tích dung dịch mẫu thử (5.1.3), tính bằng mililit;

a là thể tích dung dịch trilonB tiêu chuẩn dùng để chuẩn độ mẫu, tính bằng mililit;

b là thể tích dung dịch trilonB tiêu chuẩn dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

N là nồng độ đương lượng dung dịch tiêu chuẩn trilonB;

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

20 là đương lượng gam canxi.

Hàm lượng canxi được biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%).

5.2.2 Xác định tổng số magiê trong bình thứ hai

5.2.2.1 Cách tiến hành

Cho thêm 5 ml dung dịch đệm (pH = 10) vào bình còn lại ở (5.1.3), thêm 1 ml dung dịch KCN và 8 giọt chỉ thị màu eriocrom đen - T. Sau đó, chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn trilonB (C_2) cho đến khi dung dịch chuyển từ màu mận chín sang màu xanh nước biển.

5.2.2.2 Tính toán và biểu thị kết quả

Hàm lượng magiê, c_{Mg} tổng số trong mẫu khô kiệt được tính theo công thức sau:

$$c_{Mg} = \frac{C \times N \times 12,16 \times V \times k}{v' \times m \times 10}$$

trong đó

$C = C_2 - C_1$ là hiệu số giữa thể tích dung dịch trilonB ở 5.2.2 với thể tích ở 5.2.1, tính bằng mililit;

M là khối lượng mẫu, tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch mẫu sau phân huỷ (5.1.2), tính bằng mililit;

v' là thể tích dung dịch mẫu trích xác định (5.1.3), tính bằng mililit;

N là nồng độ đương lượng dung dịch tiêu chuẩn trilonB;

12,16 là đương lượng gam của Mg;

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

Hàm lượng magiê được biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%).

6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ hàm lượng canxi tổng số và hàm lượng magiê tổng số thu được và phương pháp đã sử dụng, 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 khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Phụ lục A

(tham khảo)

Các chú thích về cách tiến hành

A.1 Trilon B nguyên chất và khô có thể pha thành dung dịch có nồng độ chính xác từ lượng cân. Tuy nhiên, trong đa số trường hợp cần kiểm tra lại nồng độ trilonB bằng dung dịch tiêu chuẩn magiê hoặc dung dịch tiêu chuẩn canxi để xác định nồng độ chính xác trước khi sử dụng.

A.2 Dung dịch KOH và NaOH cần đảm bảo không có cacbonat, sử dụng hoá chất tinh khiết khô, dung dịch phải được bảo quản trong các bình chống xâm nhập CO₂.

A.3 Trường hợp dung dịch xác định canxi có nhiều phosphat sẽ ảnh hưởng sai đến sự chuẩn độ canxi, có thể khắc phục bằng phương pháp chuẩn độ ngược EDTA.

A.4 Có thể sử dụng một số chất chỉ thị khác để xác định Ca bằng trilonB:

- Chỉ thị Pattonreeder xác định Ca⁺⁺ tại pH = 12, dạng liên kết với Ca⁺⁺ có màu đỏ nâu, dạng tự do có màu xanh nước biển.
- Chỉ thị Murexit xác định Ca⁺⁺ tại pH = 12, dạng kết hợp với Ca⁺⁺ có màu hồng, dạng tự do có màu tím.

A.5 Có thể xác định Ca⁺⁺ bằng máy đo quang phổ ngọn lửa tại bước sóng 422,7 nm hoặc kính lọc màu tương ứng. Cũng có thể xác định Ca⁺⁺, Mg⁺⁺ bằng AAS sử dụng đèn HCl tương ứng tại các bước sóng 422,7 nm với Ca⁺⁺, 202,6 nm với Mg⁺⁺ trên ngọn lửa C₂₂H₂/KK. Lưu ý, nồng độ Ca trong dung dịch xác định phải > 0,5 %.