

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7255 : 2003

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

*Tobacco and tobacco products –
Determination of total potassium content*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 7255 : 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 kali tổng số

Tobacco and tobacco products – Determination of total potassium content

1 Phạm vi áp dụng

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

2 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng kali trong dung dịch mẫu bằng phương pháp quang phổ ngọn lửa.

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 thể cân chính xác đến 0,1 mg.

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

3.3 Cốc thuỷ tinh chịu nhiệt, dung tích 25 ml, 50 ml và 100 ml.

3.4 Bếp điện.

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

3.6 Máy đo quang phổ ngọn lửa.

3.7 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ từ 40 °C ÷ 110 °C.

3.8 Máy nghiền mẫu. có kích thước lỗ nhỏ hơn hoặc bằng 5 mm.

3.9 Chén nung có nắp, dung tích 25 ml.

3.10 Nồi cách thuỷ.

3.11 Giấy lọc nhanh.

3.12 Mặt kính đồng hồ.

3.13 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, và nước cất hai lần hoặc nước đã loại ion.

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 kali (K^+) tiêu chuẩn, 1 000 ppm.

Cân 1,9067 g KCl tinh khiết đã sấy khô ở nhiệt độ 110 °C cho vào bình định mức 1 000 ml (3.5), hoà tan trong nước cất hai lần rồi thêm nước (4.1) đến vạch. Dung dịch này có nồng độ 1 000 ppm, pha loãng tiếp 10 lần để có được dung dịch nồng độ 100 ppm. Sử dụng dung dịch này để chuẩn bị các dãy dung dịch kali.

4.3 Dung dịch axit clohydric (HCl) 1 N.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị dãy dung dịch tiêu chuẩn

Dãy dung dịch kali : Cho lần lượt vào các bình định mức 50 ml theo thứ tự số mililit dung dịch tiêu chuẩn 100 ppm ở bảng dưới đây và thêm nước cho đến vạch.

Số ml dung dịch kali tiêu chuẩn (100 ppm)	Nồng độ dung dịch kali tiêu chuẩn (0 ppm - 50 ppm)
0	0
2,5	5
5,0	10
10,0	20
15,0	30
20,0	40
25,0	50

5.2 Chuẩn bị mẫu: Sấy mẫu ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 40°C đến khô rồi nghiền nhão, cho qua rây có kích thước lỗ $\leq 0,5$ mm (3.13). Mẫu sau khi nghiền được bảo quản trong lọ tối màu. Cân 1,00 gam mẫu thuốc lá đã được chuẩn bị (cân chính xác đến 0,1 mg) cho vào chén nung có nắp (3.9). Tiến hành

tro hoá sơ bộ trên bếp điện, tránh để ngọn lửa cháy bùng, sau đó cho vào lò nung ở nhiệt độ 500 °C trong khoảng 3 giờ cho đến khi mẫu chuyển sang màu trắng xám. Để nguội, chuyển tro sang cốc thuỷ tinh chịu nhiệt 100 ml (3.3) có chứa 10 ml dung dịch HCl 1N (4.3), tráng sạch chén nung bằng nước (4.1) và đun cốc trên nồi cách thuỷ khoảng 30 phút (đậy bằng mặt kính đồng hồ). Lọc qua giấy lọc, thu dịch lọc vào bình định mức 50 ml. Rửa giấy lọc 3 lần đến 4 lần, mỗi lần khoảng 10 ml nước nóng, sau khi nguội thêm nước (4.1) đến vạch mức, lắc đều.

5.3 Đo dung dịch tiêu chuẩn và dung dịch mẫu thử

5.3.1 Đo dung dịch kali tiêu chuẩn: Đo độ hấp thụ của các dung dịch tiêu chuẩn trên máy đo quang phổ ngọn lửa tại bước sóng 768 nm (hoặc kính lọc tương ứng). Lập đường chuẩn biểu thị sự tương quan giữa nồng độ của các dung dịch với độ hấp thụ tương ứng thu được.

5.3.2 Đo các dung dịch mẫu thử: Đo độ hấp thụ của các dung dịch mẫu thử ở cùng điều kiện đồng nhất với điều kiện đo dung dịch tiêu chuẩn. Trong quá trình đo mẫu phải thường xuyên kiểm tra phép đo bằng các dung dịch tiêu chuẩn, khoảng 20 lần đo thì kiểm tra một lần.

5.3.3 Xác định nồng độ dung dịch mẫu: Dựa vào đường chuẩn của dung dịch tiêu chuẩn và độ hấp thụ của các mẫu thử đo được, xác định nồng độ dung dịch trong mẫu (ppm).

6 Tính toán kết quả

Hàm lượng kali, c , trong mẫu khô tuyệt đối được tính theo công thức sau:

$$c = \frac{a \cdot V \cdot k}{m \cdot 10^4}$$

trong đó

m là khối lượng mẫu phân huỷ, tính bằng gram;

V là thể tích của dung dịch mẫu, tính bằng mililit;

a là nồng độ của dung dịch mẫu thử (5.3.3);

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

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

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ hàm lượng kali tổng số 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 tuỳ ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.