

**TCVN 7252 : 2003**

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

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

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 7252 : 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 nitơ tổng số

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

### 1 Phạm vi áp dụng

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

### 2 Nguyên tắc

Chuyển nitơ có trong mẫu thành dạng amoni ( $\text{NH}_4^+$ ) bằng dung dịch axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) đậm đặc, axit salixilic, natri thiosunfat, hỗn hợp xúc tác ( $\text{K}_2\text{SO}_4$  và  $\text{CuSO}_4$ ). Chưng cất amoni trong dung dịch kiềm, hấp thụ khí  $\text{NH}_3$  bằng dung dịch axit boric, chuẩn độ amoni tetraborat bằng dung dịch axit tiêu chuẩn, từ đó tính hàm lượng nitơ có trong mẫu.

### 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 Bình thủy phân, dung tích 250 ml.
- 3.2 Bộ cất amoni Kjeldhal, dung tích 250 ml.
- 3.3 Bình định mức, dung tích 1 000 ml.
- 3.4 Buret, dung tích 25 ml, 50 ml, chia vạch đến 0,1 ml.
- 3.5 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

## **TCVN 7252 : 2003**

**3.6 Tủ sấy**, có thể duy trì nhiệt độ ở 40 °C đến 140 °C.

**3.7 Máy nghiền mẫu.**

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

**3.9 Phễu.**

**3.10 Bình chưng cất.**

**3.11 Cốc thuỷ tinh**, dung tích 500 ml và 1 000 ml.

## **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 không chứa nitơ.

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

**4.2 Axit sunfuric đậm đặc ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )** ( $d = 1,84$  không chứa gốc  $\text{NH}_4^+$ ).

**4.3 Hỗn hợp xúc tác:** Trộn đều  $\text{K}_2\text{SO}_4$  và  $\text{CuSO}_4$  theo tỉ lệ 9 : 1 sau đó nghiền nhỏ rồi cho vào lọ khô.

**4.4 Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 10 M**

Hoà tan 400 g NaOH trong cốc thuỷ tinh 1 000 ml (3.11) chứa 500 ml nước (4.1) khuấy cho tan hết, để nguội rồi chuyển vào bình định mức 1 000 ml (3.3), thêm nước cho đến vạch. Để yên dung dịch 2 ngày đến 3 ngày cho lắng hết cặn cacbonat. Bảo quản trong bình kín khí.

**4.5 Dung dịch chỉ thị màu :** Hỗn hợp methylen xanh - metyl đỏ.

Hoà tan 0,05 g methylen xanh và 0,15 g metyl đỏ trong 100 ml etanol 95%.

**4.6 Hỗn hợp axit sunfuric - axit salixilic ( $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})(\text{COOH})$ )**

Hoà tan 50 g axit salixilic trong 1 000 ml axit sunfuric đậm đặc (4.2).

**4.7 Natri thiosunfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )**

**4.8 Hỗn hợp chỉ thị màu**

Hoà tan 40 g axit boric tinh khiết vào 900 ml nước nóng đựng trong bình định mức 1 000 ml, để nguội, thêm 20 ml dung dịch chỉ thị màu (4.5). Trộn đều, sau đó nhỏ từng giọt dung dịch NaOH 10 M cho đến

khi dung dịch có màu đỏ tím nhạt (pH khoảng 5,0), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi sử dụng.

#### 4.9 Dung dịch axit sunfuric ( $H_2SO_4$ ) hoặc axit clohydric (HCl) 0,05 N tiêu chuẩn.

### 5 Cách tiến hành

#### 5.1 Chuẩn bị mẫu

Mẫu thuốc lá được sấy khô ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng  $40\text{ }^\circ\text{C}$ , sau đó nghiền nhỏ và lọc qua rây có kích thước lỗ  $\leq 0,5\text{ mm}$  (3.8), cho vào lọ tối màu.

#### 5.2 Phân huỷ mẫu

Cân từ 0,2 g đến 0,3 g mẫu thử đã chuẩn bị ở (5.1) cho vào đáy bình thuỷ phân (3.1), không để mẫu bám vào thành bình, thêm 12 ml  $H_2SO_4$  đậm đặc (4.2) và 7,8 gam hỗn hợp xúc tác (4.3). Tiến hành phân huỷ mẫu ở nhiệt độ dưới  $420\text{ }^\circ\text{C}$  trong 1 giờ cho đến khi hỗn hợp mẫu trở thành màu trắng xanh.

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.

#### 5.3 Chung cất amoni

Kiểm tra độ kín và độ sạch của bộ cất Kjeldhal trước khi sử dụng.

Đặt bình hứng có chứa 20 ml hỗn hợp chỉ thị màu (4.8) sao cho đuôi ống sinh hàn của bộ cất ngập khoảng 2 mm vào dung dịch này.

Cho dung dịch mẫu đã phân huỷ (5.2) vào bình chưng cất (3.10), thêm 25 ml NaOH 10 M (4.4), qua phễu vào bình cất, giữ lại 1 ml trên phễu, sau đó dùng nước tráng phễu, cho nước tráng vào bình cất và giữ lại trên phễu 1 ml dung dịch, khoá phễu và cho nước vào đầy phễu.

Cho hoạt động hệ thống để chưng cất  $NH_4^+$ , hệ thống sinh hàn và điều chỉnh sao cho nước ngưng lại có nhiệt độ khoảng  $35\text{ }^\circ\text{C}$ .

Kết thúc quá trình chưng cất khi bình hứng có khoảng 150 ml và hết amoni trong dịch chưng cất ở cuối ống sinh hàn. Dùng thuốc thử Nessler để thử xem đã hết amoni trong dịch chưa.

Rửa đuôi sinh hàn bằng nước và cho vào bình hứng. Lấy bình ra và để nguội.

Chuẩn độ dung dịch hứng được bằng dung dịch axit tiêu chuẩn  $H_2SO_4$  hoặc HCl 0,05 N cho đến khi dung dịch chuyển sang màu đỏ tím nhạt.

## 6 Tính toán và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng nitơ trong mẫu khô tuyệt đối theo công thức sau :

$$\%N = \frac{(a - b) \times Ntc \times 14 \times 100 \times k}{1000 \times m}$$

trong đó

*a* là thể tích dung dịch axit tiêu chuẩn đã dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

*b* là thể tích dung dịch axit tiêu chuẩn đã sử dụng để chuẩn độ mẫu thử trắng, tính bằng mililit;

*Ntc* là nồng độ axit tiêu chuẩn dùng để chuẩn độ;

14 là đương lượng gam của nitơ;

*m* là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích dung dịch mẫu thử, tính bằng gam;

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

Hàm lượng nitơ tổng số 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 nitơ 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 tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.