

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7098 : 2002

ISO 3400 : 1997

**THUỐC LÁ ĐIỀU - XÁC ĐỊNH ALKALOIT
TRONG PHẦN NGỪNG TỤ KHÓI -
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ**

*Cigarettes – Determination of alkaloids in
smokecondensates – Spectrometric method*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 7098 : 2002 hoàn toàn tương đương với ISO 3400 : 1997

TCVN 7098 : 2002 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC126 *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 điếu – Xác định các alkaloit trong phần ngưng tụ khói – Phương pháp đo phổ

Cigarettes – Determination of alkaloids in smoke condensates – Spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định alkaloit trong phần ngưng tụ khói của thuốc lá điếu bằng phương pháp đo phổ. Hút các điếu thuốc và thu lấy luồng khói chính theo TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387 : 1991). Tuy nhiên, phương pháp này cũng có thể dùng để xác định nicotin trong phần ngưng tụ khói thuốc thu được khi việc hút không theo tiêu chuẩn.

Chú thích 1 – TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387 : 1991) qui định phép đo bằng sắc ký khí để xác định nicotin trong các dung dịch phần ngưng tụ khói (xem thêm TCVN 6679 : 2000 (ISO 10315)]. Ở một số quốc gia không sử dụng phương pháp sắc ký khí thì việc xác định nicotin trong phần ngưng tụ khói nên được thực hiện bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này và trong biểu thị kết quả nên có phần chú thích thích hợp.

Tiêu chuẩn này xác định alkaloit tổng số, còn TCVN 6679 : 2000 (ISO 10315) chỉ xác định nicotin bằng tách sắc ký khí. Đôi khi có thể xảy ra sự chênh lệch do một lượng nhỏ các alkaloit không phải nicotin có trong một số loại thuốc lá.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 4851-89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387 : 1991) Thuốc lá điếu – Xác định chất ngưng tụ khô tổng số và chất ngưng tụ khô không chứa nicotin sử dụng máy hút thuốc phân tích thông thường.

TCVN 6681 : 2000 (ISO 13276 : 1997) Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá – Xác định độ tinh khiết của nicotin - Phương pháp khối lượng sử dụng axit tungstosilicic.

3 Nguyên tắc

Hoà tan phần ngưng tụ khói thu được từ luồng khói chính trong dung môi. Chưng cất bằng hơi nước dung dịch này trong hai giai đoạn. Trước hết axit hoá dung dịch bằng axit vô cơ và chưng cất để loại bỏ các chất trung tính và các axit có thể cuốn theo hơi nước, sau đó kiềm hoá mạnh dung dịch trong nồi chưng cất để thu các alkaloit. Đo phổ độ hấp thụ của dung dịch cất kiềm và tính hàm lượng alkaloit theo nicotin.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước loại 3 theo TCVN 4851-89 (ISO 3696 : 1987).

4.1 Propan-2-ol [(CH₃)₂CHOH], dung môi chiết.

4.2 Dung dịch natri hidroxit, c(NaOH) = 8 mol/l.

4.3 Dung dịch axit sunfuric, c(H₂SO₄) = 1 mol/l.

4.4 Dung dịch axit sunfuric, c(H₂SO₄) = 0,025 mol/l.

4.5 Nicotin, có độ tinh khiết tối thiểu là 98%.

Bảo quản ở 0 °C đến + 4 °C và tránh ánh sáng.

Thử nghiệm độ tinh khiết của nicotin theo TCVN 6681 : 2000 (ISO 13276 : 1997).

Chú thích 2 – Có thể sử dụng nicotin hidro tartrat có độ tinh khiết tối thiểu 98%.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thử nghiệm thông thường và các loại sau:

5.1 Thiết bị chưng cất bằng hơi, gồm các phần được liệt kê từ 5.1.1 đến 5.1.4 dưới đây.

Phải kiểm tra thường xuyên tính năng của thiết bị chưng cất bằng hơi. Chuẩn bị dung dịch nicotin tinh khiết sử dụng dung môi chiết (4.1) sao cho 10 ml dung dịch này chứa một lượng nicotin chính xác biết trước ở mức khoảng 5 mg. Sử dụng dung dịch này làm phần mẫu thử (6.2) và đảm bảo rằng độ thu hồi lớn hơn 98%. Nếu không đạt, phải tối ưu hoá bằng cách điều chỉnh lại tốc độ chưng cất.

Chú thích 3 – Các sơ đồ thiết bị hiện đang được sử dụng được đưa ra làm các thí dụ (xem phụ lục A từ hình A.1 đến hình A.3). Có thể sử dụng các thiết bị khác với điều kiện là cho các kết quả tương tự.

5.1.1 Bình chưng cất

Bình chưng cất hình trụ được treo theo phương thẳng đứng, có dung tích từ 50 ml đến 100 ml và có đường dẫn hơi nước từ dưới đáy.

Bình chưng cất có thể được gia nhiệt để duy trì mức chất lỏng ổn định trong quá trình chưng cất.

5.1.2 Đầu phun chưng cất.

5.1.3 Sinh hàn xoắn, có khớp nối hình cầu trên đầu phun chưng cất (5.1.2).

5.1.4 Phễu dạng nút, hoặc hệ thống khác để bổ sung dung dịch natri hidroxit.

Điều quan trọng là trong suốt quá trình bổ sung dung dịch natri hidroxit (4.2) hơi nước không được thoát qua vòi hoặc nắp đáy.

5.2 Phổ kế, bao trùm dải bước sóng từ 230 nm đến 290 nm. (Xem thêm chú thích 7).

5.3 Cuvet thạch anh, có chiều dài đường quang 1 cm.

Có thể sử dụng các cuvet thạch anh lớn hơn đối với các nồng độ nicotin quá thấp.

5.4 Bình định mức, dung tích 250 ml có nút mài.

5.5 Pipet một vạch, dung tích 5 ml, 10 ml và 25 ml.

5.6 Phễu thuỷ tinh, đường kính khoảng 55 mm.

5.7 Giấy lọc, loại lọc nhanh có đường kính thích hợp với phễu thuỷ tinh (5.6).

6 Cách tiến hành**6.1 Chuẩn bị mẫu thử**

Chuẩn bị mẫu thử bằng cách hoà tan phần ngưng tụ khói thu được từ một lượng thuốc lá điếu đã được hút trên máy hút. Đối với đĩa đường kính 44 mm thì sử dụng 25 ml dung môi (4.1); còn đối với đĩa có đường kính 92 mm thì sử dụng 50 ml dung môi. Tiến hành phân tích càng sớm càng tốt nhưng nếu phải bảo quản thì để mẫu ở nhiệt độ từ 0 °C đến + 4 °C và tránh ánh sáng.

Đối với việc hút tiêu chuẩn và việc hoà tan phần ngưng tụ, xem TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387 : 1991).

6.2 Phần mẫu thử

Lấy một phần thể tích (V_1) của dung dịch phần ngưng tụ khói tương ứng với khoảng 3 mg đến 5 mg alkaloit làm phần mẫu thử.

Chú thích 4 – Qui định này không phù hợp với thuốc lá điếu có hàm lượng nicotin thấp.

6.3 Chung cất

Cảnh báo - Phải thận trọng trong quá trình chưng cất khi bổ sung natri hidroxit và phải đeo thiết bị bảo vệ an toàn.

Chú thích 5 - Các lượng được qui định trong điều này liên quan đến loại thiết bị qui định trong 5.1. Nếu sử dụng các thiết bị khác thì các lượng này có thể phải thay đổi với điều kiện là cho các kết quả tương tự.

Cho phần mẫu thử (6.2) vào buồng chưng cất của thiết bị chưng cất (5.1). Thêm 10 ml dung dịch axit sunfuric (4.3) và bắt đầu chưng cất. Thu lấy khoảng 100 ml dịch chưng cất vào cốc. Lấy cốc ra và loại bỏ dịch cất trong khi vẫn chưng cất. Lắp ống phân phối vào bình định mức 250 ml (5.4) có chứa 10 ml dung dịch axit sunfuric (4.3). Đảm bảo rằng đầu cuối của ống được ngập trong axit. Cẩn thận cho thêm từ từ 5 ml dung dịch natri hidroxit (4.2), đóng phễu khi các giọt cuối cùng đi qua. Thu lấy từ 220 ml đến 230 ml dịch chưng cất. Lấy bình ra trong khi tráng ống phân phối bằng một ít nước. Kết thúc chưng cất và tráng bộ chưng cất. Đảm bảo rằng bình định mức đạt nhiệt độ phòng, pha loãng dịch chưng cất bằng nước đến vạch (V_2). Lắc đều và sử dụng dung dịch này để xác định alkaloit trong phần ngưng tụ khói bằng phép đo phổ. Lọc, nếu dung dịch không trong.

Chú thích 6 – Nếu cần phải lọc, thì hoặc là loại bỏ 150 ml dịch lọc đầu tiên hoặc là trước khi sử dụng, giấy lọc nên được rửa bằng một lượng nước vừa đủ rồi sấy khô.

6.4 Xác định alkaloit trong dịch chưng cất

Dùng phổ kế (5.2) để đo độ hấp thụ của dịch chưng cất ở bước sóng 236 nm, 259 nm và 282 nm so sánh với dung dịch đối chứng của 10 ml dung dịch axit sunfuric (4.3) đã pha loãng bằng nước đến 250 ml.

Nếu độ hấp thụ ở bước sóng 259 nm vượt quá 0,8, thì pha loãng phần mẫu thử (V_3) của dịch chưng cất đến thể tích thích hợp (V_4) bằng dung dịch axit sunfuric (4.4) và đo độ hấp thụ của dung dịch này như cách trên. Dung dịch đối chứng cũng được pha loãng bằng dung dịch axit sunfuric (4.4) đến một thể tích thích hợp (V_4) giống như phần dung dịch (V_3). Nếu độ hấp thụ thu được ở bước sóng 259 nm nhỏ hơn 0,2 thì sử dụng các cuvet rộng hơn (5.3).

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử trong các điều kiện giống hệt nhau.

7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng alkaloit H_{nic} của phần ngưng tụ khói đối với mỗi mẻ hút, được biểu thị theo nicotin, tính bằng miligam trên điếu, theo công thức :

$$H_{nic} = \frac{AV_0V_2V_4}{alV_1V_3n} \quad (1)$$

trong đó

a là độ hấp thụ (hệ số tắt) của nicotin trong axit sunfuric 0,025 mol/l (4.4) (nghĩa là 34,3 ở sự hấp thụ tối đa của bước sóng 259 nm), tính bằng ml/mg.cm;

A là độ hấp thụ đã hiệu chỉnh (hệ số tắt) được tính từ các độ hấp thụ đo được ở các bước sóng 236 nm, 259 nm và 282 nm :

$$A = 1,059 \left(A_{259} - \frac{A_{236} + A_{282}}{2} \right) \quad (2)$$

l là chiều dài đường quang của cuvet, tính bằng xentimet;

V_0 là thể tích dung dịch propan-2-ol của phần ngưng tụ khói thô, tính bằng mililit;

V_1 là một phần thể tích của V_0 được sử dụng để chưng cất, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích dịch chưng cất từ chưng cất kiểm, tính bằng mililit;

V_3 là phần thể tích của dịch chưng cất V_2 được sử dụng để pha loãng tiếp theo, tính bằng mililit;

V_4 là thể tích của V_3 đã được pha loãng, tính bằng mililit;

n là số lượng điếu thuốc lá đã được hút trên một bẫy hút.

Chú thích 7 – Kinh nghiệm cho thấy, con số đối với hệ số tắt của nicotin, tức là 34,3 và thừa số 1,059 trong công thức tính độ hấp thụ hiệu chỉnh được thiết lập trong [2] (phụ lục B) không áp dụng cho tất cả các loại phổ kế. Do đó, đối với mỗi loại phổ kế nên được kiểm tra để đảm bảo rằng các thừa số này là có giá trị, bằng cách sử dụng các dãy dung dịch nicotin tiêu chuẩn nằm trong dải làm việc.

Biểu thị các kết quả thử nghiệm như sau :

- a) hàm lượng alkaloit đối với từng kênh hút được biểu thị theo nicotin, tính bằng miligam trên điếu, chính xác đến 0,01 mg;
- b) hàm lượng alkaloit, tính trung bình trên điếu, được biểu thị theo nicotin, chính xác đến 0,1 mg;

8 Báo cáo thử nghiệm

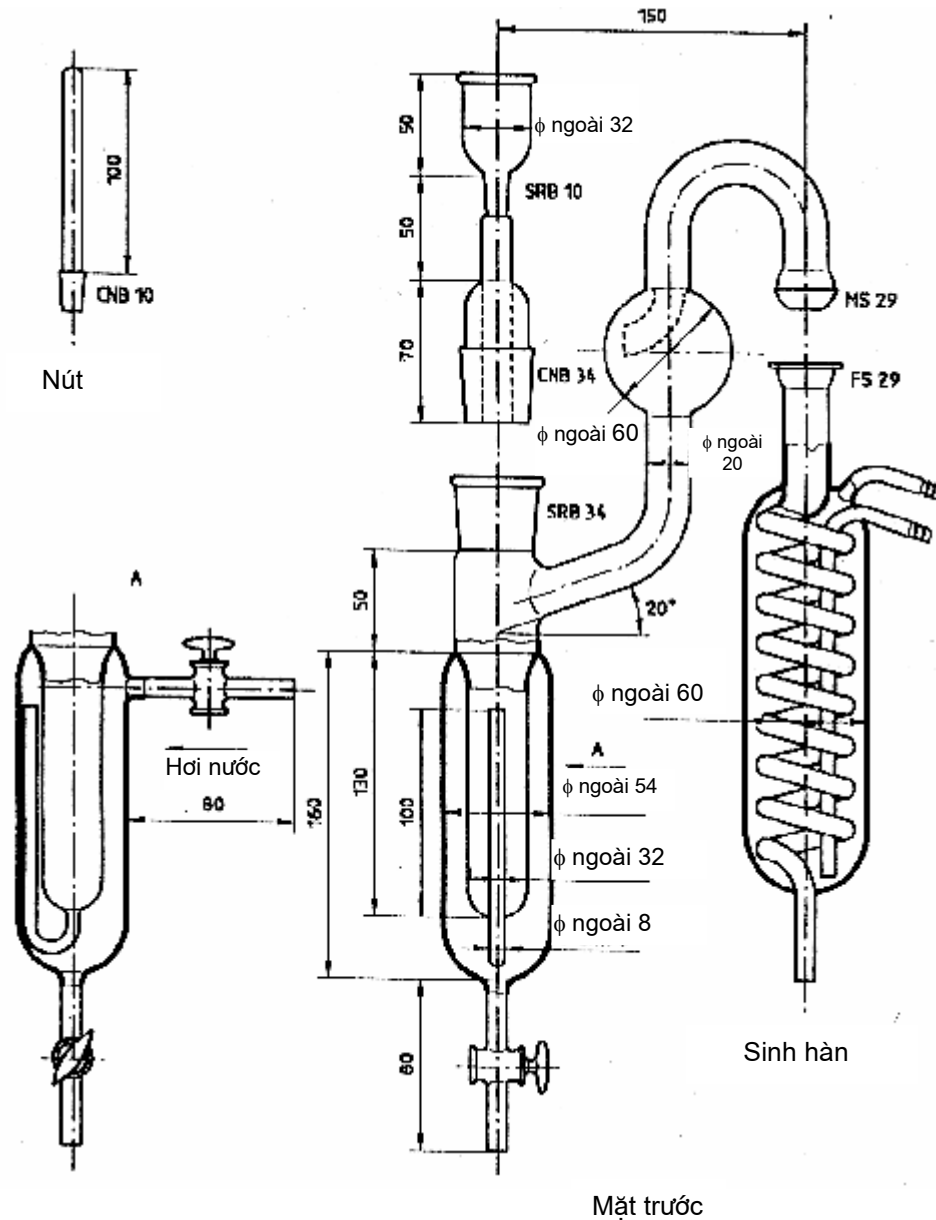
Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ hàm lượng nicotin trên điếu thuốc đã hút và phương pháp đã sử dụng, và tất cả các điều kiện có thể ảnh hưởng đến kết quả (áp suất không khí trong quá trình phân tích). Báo cáo thử nghiệm cũng đưa ra mọi chi tiết cần thiết để nhận biết các điếu thuốc lá đã hút.

Phụ lục A

(tham khảo)

Sơ đồ các thiết bị hiện đang được sử dụng

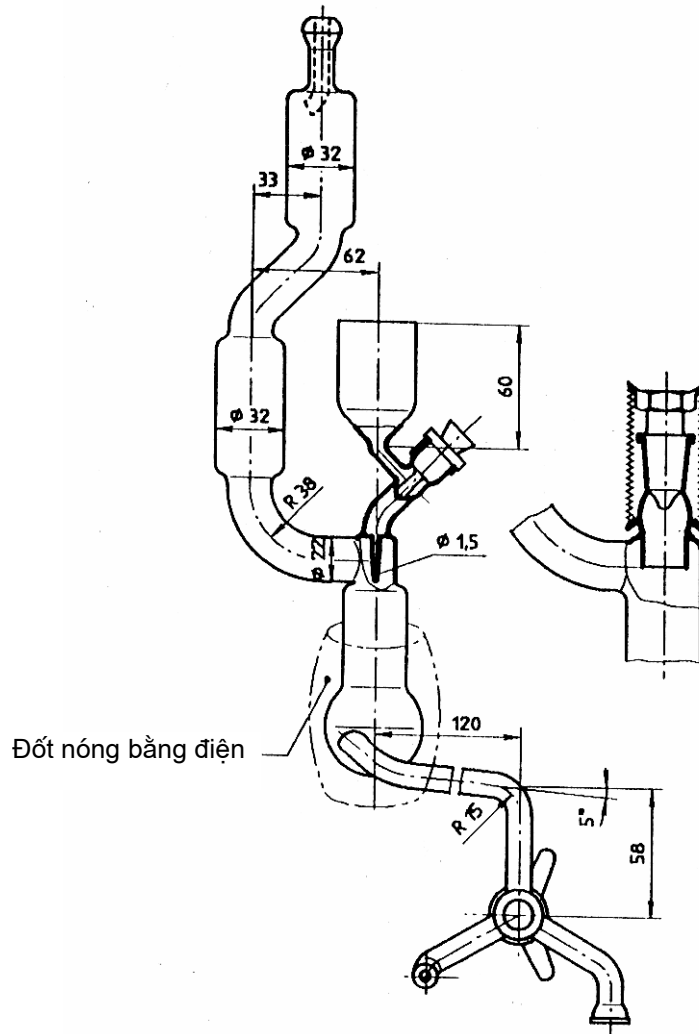
Kích thước tính bằng milimét



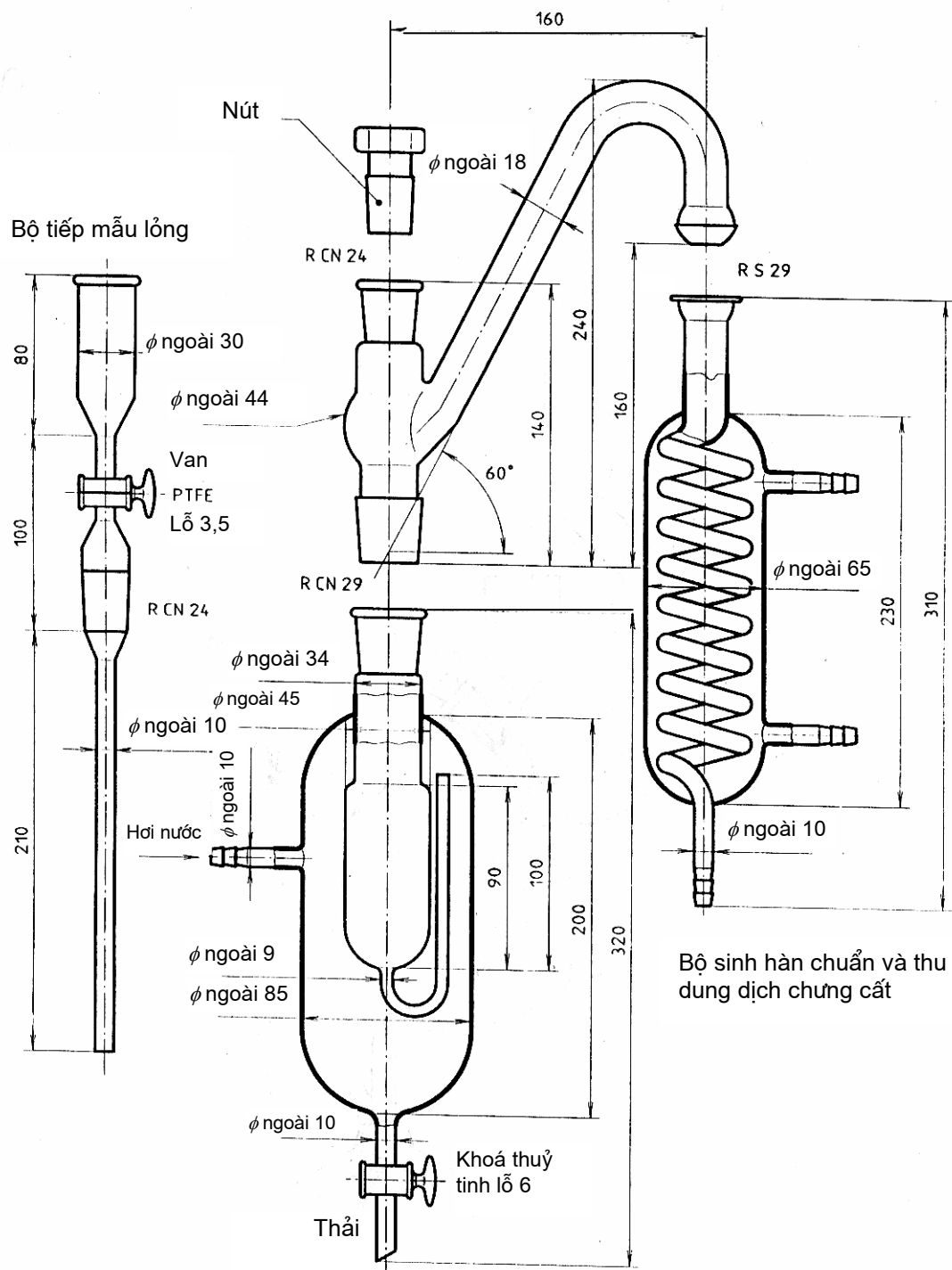
Chú thích

- 1) Tất cả dụng cụ thủy tinh có thành bằng bosilicat
- 2) Van: lỗ PTFE 4 mm

Hình A.1 – Thí dụ về thiết bị hiện đang được sử dụng



Hình A.2 – Thí dụ về thiết bị hiện đang sử dụng



Hình A.3 – Thí dụ về thiết bị hiện đang sử dụng

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6679 : 2000 (ISO 10315) Thuốc lá điếu - Xác định nicotin trong khói thuốc ngưng tụ - Phương pháp sắc ký khí .
- [2] Willets C.O., Swain M.L., Connelly J.A., Brice B. A. Analytical Chemistry, 22, No. 3 March 1950, pp. 430-433.
- [3] TCVN ISO/IEC 17025 : 2001 (ISO/IEC 17025:1999) Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn.
-