

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7100 : 2002  
CORESTA 37 : 1994**

**THUỐC LÁ – XÁC ĐỊNH CHẤT KHỬ  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH DÒNG LIÊN TỤC**

*Tobacco – Determination of reducing  
substances by continuous flow analysis*

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 7100 : 2002 tương đương với CORESTA 37 : 1994 “*Tobacco – Determination of reducing substances by continuous flow analysis*” với các thay đổi biên tập cho phép;

TCVN 7100 : 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.

## **Lời giới thiệu**

Nhóm khoa học của Trung tâm Hợp tác Nghiên cứu Khoa học về Thuốc lá (CORESTA) tiến hành nghiên cứu nhiều qui trình khác nhau về xác định đường khử trong thuốc lá đã được sử dụng rộng rãi để chấp nhận thành một phương pháp chính thức của CORESTA. Hai phương pháp đã được chấp nhận là CORESTA 37 và CORESTA 38. Các nghiên cứu này đã được nhóm khoa học thực hiện từ năm 1989 đến 1993 cho thấy rằng hai phương pháp có thể cho các kết quả không giống hệt nhau. Đối với một số loại thuốc lá, kết quả thu được khi sử dụng phương pháp số 37 cao hơn so với kết quả thu được khi sử dụng phương pháp số 38, vì phương pháp số 37 rất nhạy cảm với các chất gây nhiễu từ chất khử mà không phải là đường có mặt trong thuốc lá. Điều này được phản ánh ngay ở tên gọi của hai phương pháp. CORESTA đã ban hành cả hai phương pháp vì phương pháp số 37 dễ áp dụng hơn và phương pháp số 38 lại đặc trưng hơn. Do đó khi ghi báo cáo kết quả phải chỉ rõ phương pháp đã được sử dụng.

## Thuốc lá – Xác định chất khử bằng phương pháp phân tích dòng liên tục

*Tobacco – Determination of reducing substances by continuous flow analysis*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho thuốc lá đã chế biến và thuốc lá chưa chế biến.

### 2 Nguyên tắc

Chuẩn bị dịch chiết của thuốc lá bằng dung dịch axit axetic 5% và hàm lượng các chất khử trong dịch chiết được xác định bằng cách khử hexaxianoferrat III màu vàng thành hexaxianoferrat II không màu và sự giảm màu được đo ở bước sóng 420 nm.

Chú thích 1 – Các nghiên cứu cộng tác cho thấy rằng đối với một số loại thuốc lá khi chiết bằng nước cất thì xảy ra sự thủy phân sucroza.

### 3 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và phù hợp với các qui định quốc gia hiện hành.

#### 3.1 Dung dịch Brij 35 (ete lauryl polyoxyetylen)

Cho 1 lít nước cất vào 250 g Brij 35, làm ấm và khuấy cho đến khi tan hết.

#### 3.2 Dung dịch natri clorua (NaCl 0,9 % m/V)

Hoà tan 9,0 g natri clorua trong nước cất, thêm 1 ml dung dịch Brij 35 (3.1) và pha loãng đến 1 lít.

#### 3.3 Dung dịch natri hidroxit (NaOH, 1 M)

Chuẩn bị 1 lít natri hidroxit 1 M từ các ampun hoặc hoà tan 40,0 g natri hidroxit trong 800 ml nước cất. Trộn và để nguội. Pha loãng bằng nước cất đến 1 lít.

**3.4 Dung dịch kali hexaxianoferrat III kiềm** [Kali ferixianua] ( $K_3Fe(CN)_6$ )

Hoà tan 0,15 g kali hexaxianoferrat III trong 800 ml dung dịch natri hidroxit (3.3), thêm 1 ml dung dịch Brij 35 (3.1) và pha loãng bằng dung dịch natri hidroxit (3.3) đến 1 lít.

**3.5 Dung dịch axit axetic**, ( $CH_3COOH$ , 5% V/V)

Chuẩn bị dung dịch axit axetic 5% (V/V) từ axit axetic "bằng" (được sử dụng để chuẩn bị các chuẩn, các mẫu và để rửa dung dịch trên máy phân tích dòng liên tục).

**3.6 D-glucoza** ( $C_6H_{12}O_6$ , loại tinh khiết phân tích) để chuẩn bị các dung dịch chuẩn

Bảo quản trong bình hút ẩm.

**3.7 Dung dịch glucoza tiêu chuẩn**

**3.7.1 Dung dịch gốc** : Cân khoảng 10,0 g glucoza (3.6) chính xác đến 0,0001 g, hoà tan trong 800 ml axit axetic 5% (3.5) và pha loãng bằng axit axetic (3.5) đến 1 lít trong bình định mức. Dung dịch này chứa khoảng 10 mg glucoza/ml. Bảo quản trong tủ lạnh. Hàng tháng chuẩn bị dung dịch mới.

**3.7.2 Chuẩn làm việc** : Từ dung dịch gốc tạo ra một loạt gồm ít nhất năm dung dịch hiệu chuẩn (trong 5% axit axetic) chứa các nồng độ bao trùm dải nồng độ dự tính trong mẫu, thí dụ từ 0,2 mg glucoza/mililit đến 2,5 mg glucoza/mililit. Tính nồng độ chính xác của từng chất chuẩn. Bảo quản trong tủ lạnh. Cứ hai tuần thì chuẩn bị các dung dịch mới.

**4 Thiết bị, dụng cụ**

4.1 Sử dụng các dụng cụ, thiết bị phòng thử nghiệm thông thường cần thiết cho việc chuẩn bị mẫu, các chất chuẩn và thuốc thử.

4.2 Máy phân tích dòng liên tục (xem sơ đồ 1) gồm:

- Bộ phận lấy mẫu;
- Bơm định lượng;
- Máy thẩm tách;
- Bể gia nhiệt;
- Ống xoắn làm chậm;
- Máy so màu (hoặc máy tương đương) được trang bị các bộ lọc ở bước sóng 420 nm;
- Máy ghi.

## 5 Phân tích mẫu thuốc lá

5.1 Chuẩn bị thuốc lá để phân tích bằng cách nghiền (tất cả mẫu phải lọt qua sàng kích thước 1 mm) và xác định độ ẩm. Nếu thuốc lá quá ẩm thì trước khi nghiền nên sấy khô ở nhiệt độ không quá 40°C.

5.2 Cân khoảng 250 mg thuốc lá, chính xác đến 0,0001 g, cho vào bình nón khô dung tích 50 ml. Cho thêm 25 ml axit axetic 5% (3.5), đậy nắp bình và lắc trong 30 phút.

5.3 Lọc phần chiết qua giấy lọc Whatman số 40 (hoặc loại tương đương), loại bỏ một vài mililit đầu tiên của dịch chiết, sau đó thu dịch lọc vào trong cốc phân tích.

5.4 Cho chạy các mẫu và các chất chuẩn qua hệ thống theo cách thông thường (nghĩa là: cho chạy 6 dịch chiết của thuốc lá, các chất chuẩn hiệu chuẩn và các mẫu, cứ sau 6 mẫu thì chạy xen kẽ 1 dung dịch hiệu chuẩn).

Nếu các nồng độ của mẫu nằm ngoài dải nồng độ của các chuẩn, thì phải pha loãng các mẫu và cho chạy lại.

## 6 Tính toán

6.1 Dụng đồ thị chiều cao pic dựa theo các nồng độ glucoza tương ứng đối với tất cả các dung dịch tiêu chuẩn.

6.2 Tính phần trăm chất khử (biểu thị bằng glucoza) (tính theo khối lượng chất khô) trong thuốc lá theo công thức sau:

$$\% \text{ chất khử (chất khô)} = \frac{c \times V \times 100}{m \times 1000} \times \frac{100}{100 - M}$$

trong đó

$c$  là nồng độ chất khử thu được từ đường chuẩn (6.1), tính theo miligam trên mililit;

$V$  là thể tích của dịch chiết đã chuẩn bị (5.2) (thường là 25 ml), tính bằng mililit;

$m$  là khối lượng của mẫu (5.2), tính bằng miligam;

$M$  là độ ẩm của thuốc lá (5.1), tính bằng phần trăm khối lượng.

Kết quả thử được tính đến một chữ số sau dấu phẩy.

Chú thích 2 – Nếu phương pháp này được thực hiện đồng thời với phương pháp CORESTA 35, TCVN 7101 : 2002 (CORESTA 36) thì có thể chuẩn bị các chuẩn kết hợp.

## 7 Độ lặp lại và độ tái lập

Một nghiên cứu cộng tác quốc tế đã được tiến hành trong năm 1993 gồm 12 phòng thử nghiệm tham gia thực hiện trên 3 mẫu cho thấy rằng khi các cấp thuốc lá đơn được phân tích bằng phương pháp này thì thu được các giá trị độ lặp lại ( $r$ ) và độ tái lập ( $R$ ) sau đây.

Chênh lệch giữa hai kết quả đơn tìm thấy trên các dịch chiết khác nhau, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị trong khoảng thời gian ngắn (thời gian phân tích 40 cốc mẫu) và nếu không hiệu chuẩn lại thiết bị trong suốt quá trình phân tích, thì kết quả sẽ vượt quá giá trị độ lặp lại ( $r$ ) trung bình quá một lần trong 20 trường hợp thao tác bình thường và đúng phương pháp.

Các kết quả đơn do hai phòng thử nghiệm thực hiện, chênh lệch quá giá trị tái lập ( $R$ ) trung bình không quá một lần trong 20 trường hợp thao tác bình thường và đúng phương pháp.

Các số liệu phân tích cho đánh giá được tóm tắt trong bảng 1.

**Bảng 1**

<b>Loại thuốc lá</b>	<b>Hàm lượng chất khử trung bình, % (chất khô)</b>	<b>Độ lặp lại <math>r</math></b>	<b>Độ tái lập <math>R</math></b>
Burley	2,3	0,7	1,7
Oriental	15,1	1,2	2,5
Vàng sáy	19,8	1,8	2,5

Để tính giá trị  $r$  và  $R$ , một kết quả thử nghiệm được coi là kết quả của một lần xác định đơn.



**Sơ đồ 1**  
**Các chất khử**

