

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7103 : 2002

ISO 2881 : 1992

**THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ALKALOIT -
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ**

*Tobacco and tobacco products – Determination of
alkaloid content – Spectrometric method*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 7103 : 2002 hoàn toàn tương đương với ISO 2881 : 1992

TCVN 7103 : 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 và sản phẩm thuốc lá – Xác định hàm lượng alkaloit – Phương pháp đo phổ

*Tobacco and tobacco products – Determination of
alkaloid content – Spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng alkaloit trong thuốc lá bằng phương pháp đo phổ, tính theo nicotin.

Phương pháp này áp dụng cho thuốc lá chưa chế biến, thuốc lá đã chế biến và các sản phẩm thuốc lá.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

ISO 565 : 1990 Test sieves - Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet – Nominal sizes of openings (Sàng thử nghiệm – Lưới đan kim loại, lưới đục lỗ và tấm đúc điện – Kích thước lỗ danh định).

TCVN 7099 : 2002 (ISO 3401 : 1991) Thuốc lá điếu – Xác định sự lưu giữ alkaloit của đầu lọc. Phương pháp đo phổ.

TCVN 5080 : 2002 (ISO 4874 : 2000) Thuốc lá – Lấy mẫu thuốc lá nguyên liệu – Nguyên tắc chung.

TCVN 5081 - 1 : 2002 (ISO 6488-1 : 1997) Thuốc lá – Xác định hàm lượng nước. Phần 1: Phương pháp Karl Fischer.

TCVN 6684 : 2000 (ISO 8243 : 1991) Thuốc lá điếu – Lấy mẫu.

3 Nguyên tắc

Chung cất hơi nước mẫu thuốc lá đã nghiền dưới môi trường kiềm mạnh, rồi đo độ hấp thụ của dịch cất bằng máy đo phổ và tính hàm lượng alkaloit, biểu thị bằng phần trăm nicotin.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước ít nhất có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Natri clorua.

4.2 Dung dịch natri hidroxit, $c(\text{NaOH}) = 8 \text{ mol/l}$.

4.3 Axit sunfuric đậm đặc, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

4.4 Axit sunfuric loãng, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$.

4.5 Nicotin, có độ tinh khiết tối thiểu là 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 hơi nước, như mô tả trong TCVN 7099 : 2002 (ISO 3401) hoặc bất kỳ thiết bị nào khác cho kết quả tương tự.

Chạy thử hệ thống theo qui trình được nêu trong điều 7, sử dụng dung dịch nicotin tinh khiết (4.5) ở mức dự đoán tối đa. Độ thu hồi ít nhất phải là 98% so với giá trị lý thuyết. Nếu không, phải tối ưu hoá bằng cách điều chỉnh lại tốc độ chưng cất.

Đối với các phép thử thông thường, có thể sử dụng nicotin hidro tartrat được hiệu chuẩn theo nicotin tinh khiết (4.5).

5.2 Phổ kế, bao trùm dải bước sóng từ 230 nm đến 290 nm.

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

5.4 Sàng, có cỡ lỗ 500 μm , phù hợp với ISO 565.

5.5 Máy nghiền, có thể nghiền mẫu thuốc lá mà không làm tăng nhiệt độ đáng kể (xem 7.1).

5.6 Tủ sấy, loại đối lưu không khí tự nhiên.

5.7 Bình định mức, dung tích 250 ml có nút thuỷ tinh mài.

5.8 Bình định mức, dung tích 100 ml có nút thuỷ tinh mài.

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

5.10 Phễu thuỷ tinh, đường kính khoảng 55 mm.

5.11 Giấy lọc, loại lọc nhanh.

6 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 5080 : 2002 (ISO 4874 : 2000) hoặc theo TCVN 6684 : 2000 (ISO 8243 : 1991) đối với thuốc lá điếu.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Chia một cách ngẫu nhiên mẫu phòng thử nghiệm thu được theo điều 6 thành hai phần mẫu thử bằng nhau, nếu cần.

Nếu việc xác định alkaloit kết hợp với việc xác định chất ngưng tụ khói, thì chuẩn bị mẫu thử để xác định hàm lượng alkaloit từ mẫu phòng thử nghiệm sau khi đã lấy mẫu thử để xác định chất ngưng tụ khói.

Đối với thuốc lá điếu, phải đảm bảo rằng mẫu thử trước khi đem nghiền đã loại hết giấy cuốn điếu và vật liệu của đầu lọc.

Bảo quản mẫu khỏi hơi ẩm không khí trước khi xác định.

Trước khi nghiền, sấy khô mẫu thử trong tủ sấy (5.6) ở nhiệt độ không quá 40°C. Nghiền mẫu thử rồi cho qua sàng có cỡ lỗ 500 µm (5.4). Không nghiền mẫu quá 2 phút.

Chú thích 1 – Nghiền mẫu quá lâu có thể làm tăng nhiệt độ của mẫu dẫn đến sự thất thoát alkaloit.

Giữ lại một phần mẫu đã nghiền để xác định hàm lượng nước.

7.2 Tiến hành xác định

Chú thích 2 – Lượng mẫu thử được qui định trong điều này liên quan đến loại thiết bị sử dụng trong TCVN 7099 : 2002 (ISO 3401). Nếu sử dụng các thiết bị khác thì các lượng này có thể cần được điều chỉnh, với điều kiện là thu được kết quả tương tự.

7.2.1 Số lần xác định

Thực hiện hai phép xác định trên cùng mẫu thử dưới các điều kiện giống hệt nhau.

7.2.2 Phần mẫu thử

Cân từ 1 g đến 2 g mẫu thử (tùy thuộc vào hàm lượng alkaloit dự đoán) đã nghiền nhỏ và trộn đều, chính xác đến 0,001 g.

7.2.3 Xác định hàm lượng nước

Xác định hàm lượng nước của mẫu thuốc lá đã nghiền nhỏ trong phần mẫu giữ lại theo TCVN 5081 - 1 : 2002 (ISO 6488 - 1).

7.2.4 Xác định hàm lượng alkaloit

7.2.4.1 Chung cất

Cảnh báo – Phải thận trọng khi thêm natri hidroxit trong quá trình chung cất.

Cho phần mẫu thử (7.2.2) vào bình chung cất của thiết bị (5.1) và rửa bằng 5 ml đến 15 ml nước.

Thêm từ 20 g đến 40 g natri clorua (4.1) và 5 ml dung dịch natri hidroxit (4.2) vào dung dịch chứa trong bình chung cất, đóng phễu khi các giọt cuối cùng đi qua.

Chú thích 3 – Lượng natri clorua chỉ đủ sao cho để lại một ít muối chưa hoà tan ở cuối giai đoạn chung cất.

Dung dịch cất được thu vào bình định mức 250 ml chứa 10 ml axit sunfuric đậm đặc (4.3). Tốc độ chung cất ít nhất phải đạt từ 10 ml đến 12 ml dịch cất trên phút. Không để thể tích của chất lỏng trong bình chung cất thay đổi nhiều trong quá trình chung cất. Gia nhiệt thêm, nếu cần. Thu lấy từ 220 ml đến 230 ml dịch chung cất. Lấy bình định mức ra rồi tráng ống dẫn dịch cất bằng một ít nước. Kết thúc chung cất và làm sạch bộ chung cất. Để cho bình định mức đạt được nhiệt độ phòng rồi pha loãng dịch chung cất bằng nước đến vạch (V_1). Lắc đều và sử dụng dịch chung cất đã axit hoá để xác định alkaloit trong thuốc lá bằng phép đo phổ. Nếu dịch chung cất đã axit hoá không trong thì phải lọc.

Chú thích 4 – 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.

7.2.4.2 Xác định alkaloit trong dịch chung cất đã axit hoá (mẫu thử)

Dùng pipet lấy một lượng dịch chung cất đã axit hoá (V_2 , thường khoảng 25 ml) từ bình định mức cho vào bình định mức thứ hai (dung tích V_3 , thường khoảng 100 ml) và thêm axit sunfuric loãng (4.4) cho đến vạch.

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

Nếu độ hấp thụ ở bước sóng 259 nm vượt quá 0,7, thì pha loãng một lượng mẫu thử (V_2) nhỏ hơn bằng axit sunfuric loãng (4.4) đến thể tích thích hợp (V_3) và đo độ hấp thụ của dung dịch này như cách trên.

8 Tính và biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính và công thức

Tính độ hấp thụ đã hiệu chỉnh A từ các giá trị độ hấp thụ quan sát được theo công thức sau :

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

trong đó

A_{236} , A_{259} và A_{282} là các độ hấp thụ quan sát được ở các bước sóng 236 nm, 259 nm và 282 nm tương ứng.

Tính kết quả thử nghiệm [xem điều 9 g)] theo phần trăm khối lượng alkaloid của thuốc lá trong phần mẫu thử (theo khối lượng chất khô) (tính theo nicotin), w_{nic} từ công thức sau :

$$w_{nic} = \frac{100AV_1V_3}{aV_2lm \left(\frac{100-b}{100} \right)} \quad \dots (2)$$

trong đó

a là độ hấp thụ (hệ số tắt) của nicotin trong axit sunfuric 0,025 mol/l (nghĩa là 34,3 ở sự hấp thụ cực đại của bước sóng 259 nm);

A là độ hấp thụ đã hiệu chỉnh;

b là hàm lượng nước còn lại trong mẫu thuốc lá nghiền, tính bằng phần trăm khối lượng (xem 7.2.3);

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

m là khối lượng mẫu đã sử dụng để chưng cất, tính bằng miligam;

V_1 là thể tích dịch chưng cất, tính bằng mililit;

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

V_3 là dung tích của bình pha loãng, tính bằng mililit;

Chú thích 5 – Các công thức tính khác thường sử dụng là :

$$c = \frac{A}{al} \quad \dots (3)$$

$$a = \frac{A}{cl} \quad \dots (4)$$

$$a_{259} = 34,3$$

TCVN 7103 : 2002

Khối lượng alkaloit của thuốc lá tổng số Q có trong phần mẫu thử, được biểu thị theo miligam nicotin là

$$Q = \frac{AV_1V_3}{aV_2l} \quad \dots (5)$$

trong đó c là nồng độ nicotin có trong dịch chưng cất đã pha loãng, tính bằng miligam trên mililit dung dịch và các ký hiệu khác có ý nghĩa như trong công thức (2).

8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch kết quả giữa hai phép thử tiến hành đồng thời hoặc kế tiếp do cùng một người phân tích trên các phần mẫu thử từ cùng một mẫu thử không được vượt quá 0,05% alkaloit tính theo nicotin, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng của phần mẫu thử.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải gồm các thông tin sau :

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) xuất xứ của mẫu và phương pháp lấy mẫu;
 - c) số lượng mẫu;
 - d) ngày nhận mẫu;
 - e) ngày thử nghiệm;
 - f) hàm lượng nước trung bình còn lại, tính bằng phần trăm khối lượng của phần mẫu thử, tính chính xác đến 0,5%;
 - g) hàm lượng alkaloit tính theo nicotin (các kết quả của tất cả các phép xác định đơn lẻ), biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô của các phần mẫu thử riêng lẻ, tính chính xác đến 0,01%;
 - h) hàm lượng alkaloit trung bình tính theo nicotin, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô của phần mẫu thử, tính chính xác đến 0,01%.
-