

# Thuốc lá điếu – Xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc – Phần 1 : Phương pháp sắc ký khí

*Cigarettes – Determination of water in smoke condensates –  
Part 1 : Gas-chromatographic method*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp sắc ký khí để xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc. Việc hút các điếu thuốc lá và thu lấy luồng khói chính được thực hiện theo TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387). Tuy nhiên, phương pháp này có thể áp dụng để xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc thu được khi việc hút thuốc không theo phương pháp tiêu chuẩn.

Chú thích – Ở một số quốc gia không sử dụng phương pháp sắc ký khí, thì có thể sử dụng phương pháp Karl Fischer [TCVN 6936 - 2 : 2001 (ISO 10362-2)] để xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc. Khi đó, có thể sử dụng hàm lượng nước của phần ngưng tụ khói thuốc thu được nhưng phải có chú thích trong phần biểu thị kết quả.

## 2 Tiêu chuẩn viện dẫn

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

## 3 Nguyên tắc

Phần ngưng tụ khói thuốc thu được từ luồng khói chính được hoà tan trong dung môi chứa chất chuẩn nội. Dùng phương pháp sắc ký khí để xác định hàm lượng nước của dung dịch và tính hàm lượng nước của toàn bộ phần ngưng tụ khói thuốc.

## 4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

**4.1 Khí mang :** Heli hoặc nitơ (xem chú thích trong 6.2).

**4.2 Propan-2-ol,** với hàm lượng nước tối đa 1,0 mg/ml.

**4.3 Chất chuẩn nội :** etanol hoặc metanol (độ tinh khiết tối thiểu 99%).

**4.4 Dung môi chiết :** propan-2-ol (4.2) chứa chất chuẩn nội (4.3) có nồng độ thích hợp, thường là 5 ml/l.

Nếu dung môi không được bảo quản ở phòng thí nghiệm khống chế được nhiệt độ thì trước khi sử dụng phải để cân bằng đến  $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

**4.5 Chất đối chứng :** nước cất hoặc nước đã loại ion.

### 4.6 Dung dịch hiệu chuẩn

Chuẩn bị một loạt ít nhất bốn dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ nước được thêm vào bao trùm dải nồng độ dự đoán có trong phần mẫu thử (thường lên đến 4 mg/ml) bằng cách bổ sung các lượng nước đã biết khối lượng (4.5) vào dung môi (4.4). Một trong những dung dịch hiệu chuẩn này phải là dung môi không thêm nước (dung môi trắng).

Để tránh bị hấp thụ nước, bình chứa dung môi lớn phải được nối với bể nước và tất cả các dung dịch phải được giữ kín. Dung môi phải được khuấy đều liên tục để đảm bảo độ đồng nhất của nước trong dung môi. Các dung dịch hiệu chuẩn phải được chuẩn bị từ cùng một mẻ dung môi dùng trong 6.1.

Các dung dịch hiệu chuẩn nên được chuẩn bị cho mỗi tuần.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thí nghiệm và đặc biệt gồm các thiết bị sau:

**5.1 Máy sắc ký khí được gắn với một detector dẫn nhiệt,** một bộ ghi và một bộ tích phân hoặc thiết bị xử lý số liệu thích hợp khác.

Dụng cụ thủy tinh và nút dùng cho các lọ thủy tinh phải được bảo quản trong bình hút ẩm cho đến khi sử dụng.

**5.2 Cột sắc ký,** đường kính trong từ 2 mm đến 4 mm và có chiều dài thích hợp từ 1,5 m đến 2 m.

**Pha tĩnh:** Porapak Q <sup>1)</sup> 150 µm (100 mesh) đến 190 µm (80 mesh).

Cột thích hợp là cột được làm từ thép không gỉ đã khử hoạt hóa nhưng các vật liệu khác như thuỷ tinh hoặc niken cũng có thể được sử dụng. Các pha tĩnh thay thế như Porapak QS <sup>1)</sup> và Chromosorb 102 <sup>1)</sup> có thể được sử dụng.

**5.3 Hệ thống phân phối,** thích hợp là hệ thống tự động hoá, có thể cung cấp lượng dung môi yêu cầu (4.4).

Hệ thống phân phối nên được tráng sạch trước khi sử dụng bằng cách hút xả ít nhất là 50 ml dung môi.

## 6 Cách tiến hành

### 6.1 Phần mẫu thử

Chuẩn bị phần mẫu thử bằng cách hoà tan phần ngưng tụ khói thuốc thu được từ máy hút của một số điều thuốc đã biết trong một thể tích hỗn hợp của dung môi (4.4), 20 ml đối với các đĩa 44 mm hoặc 50 ml đối với các đĩa 92 mm, đảm bảo rằng các đĩa đã được ngập trong dung môi. Thể tích này có thể điều chỉnh để cho hàm lượng nước thích hợp đối với đồ thị hiệu chuẩn (xem 6.3) với điều kiện là có đủ thể tích để chiết phần ngưng tụ khói thuốc có hiệu quả. Đối với việc hút tiêu chuẩn, xem TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387).

### 6.2 Lắp đặt thiết bị

Lắp đặt thiết bị và vận hành máy sắc ký khí (5.1) theo chỉ dẫn của nhà sản xuất. Đảm bảo rằng các pic của nước, chất chuẩn nội và dung môi được tách tốt, thời gian phân tích khoảng 4 phút. Điều hoà hệ thống sắc ký ngay trước khi sử dụng bằng cách bơm 2 µl dung môi chiết như là chất đệm.

Các điều kiện thích hợp cho việc vận hành máy sắc ký là:

- nhiệt độ cột: 170°C (đẳng nhiệt);
- nhiệt độ cổng bơm: 250°C;
- nhiệt độ của detector: 250°C;
- khí mang: heli với tốc độ dòng khoảng 30 ml/min;
- thể tích bơm: 2 µl.

Chú thích – Có thể sử dụng khí nitơ làm khí mang, nếu độ nhạy của detector là đủ cao.

<sup>1)</sup> Porapak Q, Porapak QS và Chromosorb 102 là thí dụ về các tên thương mại của sản phẩm thích hợp có bán trên thị trường. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và tổ chức ISO không ấn định phải sử dụng các sản phẩm này.

### 6.3 Hiệu chuẩn sắc ký khí

Bơm 2  $\mu$ l của từng dung dịch hiệu chuẩn (4.6) vào máy sắc ký khí. Ghi lại các diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của nước và chất chuẩn nội (4.3). Tiến hành xác định ít nhất hai lần.

Tính tỷ lệ giữa pic của nước với pic của chất chuẩn nội từ các số liệu diện tích (hoặc chiều cao) của pic đối với mỗi dung dịch hiệu chuẩn kể cả dung môi trắng. Dùng đồ thị của các nồng độ nước bổ sung vào theo tỷ lệ diện tích hoặc tính phương trình hồi qui tuyến tính từ các dữ liệu này. Sử dụng phương trình hồi qui tuyến tính.

Hàng ngày, thực hiện đầy đủ qui trình hiệu chuẩn. Ngoài ra, cứ sau 20 lần xác định lại bơm chất chuẩn nội có nồng độ trung bình. Nếu nồng độ tính được của dung dịch này vượt quá 5% giá trị gốc thì lặp lại qui trình hiệu chuẩn đầy đủ.

Chú thích – Đường hồi qui không đi qua điểm zero là do nước có trong dung môi chiết.

Nếu hàm lượng nước của dung môi vượt quá 1,0 mg/ ml, thì loại bỏ mẻ thử.

### 6.4 Thử mẫu trắng

Do các bã khói và dung môi hấp thụ nước, điều cần thiết là xác định giá trị thử mẫu trắng. Chuẩn bị các mẫu trắng bằng xử lý các bã khói chứa các đĩa lọc (ít nhất là 2 trên 100 đĩa đã hút) theo cùng phương thức như đã sử dụng cho việc thu thập khói. Đặt chúng gần với máy hút thuốc trong suốt quá trình hút, chiết và phân tích chúng cùng với các mẫu khói.

### 6.5 Tiến hành xác định

Bơm 2  $\mu$ l phần mẫu thử từ chất chiết các bã khói (xem 6.1) và các bã trắng (xem 6.4). Tính tỷ lệ pic của nước/ pic của chất chuẩn nội từ các dữ liệu diện tích (hoặc chiều cao) của pic.

Tiến hành xác định ít nhất hai lần trong các điều kiện thử giống hệt nhau. Tính giá trị trung bình của tỷ lệ từ các phép xác định lặp lại.

Chú thích – Khi kết quả thu được từ các kênh hút đơn lẻ và khi sử dụng bộ đưa mẫu tự động thì phần chất lỏng đơn từ các bã khói được coi là phù hợp.

## 7 Biểu thị kết quả

Tính hàm lượng nước của các chất chiết từ bã khói và bã trắng, sử dụng đồ thị hoặc phương trình hồi qui tuyến tính (6.3).

Hàm lượng nước của khói,  $m_w$ , tính bằng miligam trên điếu, theo công thức:

$$m_w = \frac{\rho_{ws} - \rho_{wb}}{q} \cdot V_{Es}$$

trong đó

$\rho_{ws}$  là hàm lượng nước trong bã khói của mẫu, tính bằng miligam trên mililit;

$\rho_{wb}$  là hàm lượng nước trong bã khói của mẫu trắng, tính bằng miligam trên mililit;

$q$  là số lượng điếu thuốc được hút qua mỗi bã khói;

$V_{Es}$  là thể tích dung môi chiết, trong đó lượng thu được từ bã khói đã được hoà tan.

Biểu thị kết quả bằng miligam trên điếu thuốc đối với từng kênh chính xác đến 0,01 mg, và trung bình trên điếu thuốc, chính xác đến 0,1 mg.

## 8 Độ lặp lại và độ tái lặp

Năm 1990, nghiên cứu cộng tác quốc tế gồm 30 phòng thí nghiệm tham gia tiến hành trên 6 mẫu cho thấy rằng khi các điếu thuốc được hút theo TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387) và các dung dịch khói sinh ra được phân tích theo phương pháp này, các giá trị giới hạn về độ lặp lại ( $r$ ) và giới hạn về độ tái lặp ( $R$ ) thu được sau đây.

Chênh lệch giữa hai kết quả đơn trên các mẫu thuốc lá điếu thích hợp do một người thực hiện, sử dụng cùng loại thiết bị trong khoảng thời gian ngắn nhất vượt quá giới hạn về độ lặp lại ( $r$ ) trung bình không quá một lần trong 20 trường hợp khi thao tác thông thường đúng theo phương pháp.

Phân tích số liệu cho các ước tính như trong bảng 1.

**Bảng 1 – Đánh giá bằng việc phân tích các dữ liệu**

Giá trị trung bình $m_w$ mg trên điếu thuốc	Giới hạn lặp lại $r$ mg trên điếu thuốc	Giới hạn tái lặp $R$ mg trên điếu thuốc
0,083	0,154	0,241
0,153	0,228	0,353
0,338	0,272	0,381
0,962	0,407	0,734
1,595	0,561	0,935
3,187	0,908	1,680

## **TCVN 6936 - 1 : 2001**

Để tính  $r$  và  $R$ , một kết quả thử nghiệm đã được xác định là kết quả trung bình thu được từ việc hút 20 điếu thuốc trong một mẻ hút đơn.

Chi tiết cụ thể hơn về của tương tác giữa  $r$  và  $R$  với các hệ số khác, xem báo cáo của CORESTA 91/1.

Vấn đề về dung sai do việc lấy mẫu được nêu trong TCVN 6684 : 2000 (ISO 8243).

## **9 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ hàm lượng nước trong một điếu thuốc đã hút và phương pháp đã sử dụng, phải bao gồm tất cả các điều kiện có thể ảnh hưởng đến kết quả (thí dụ: các điều kiện không khí trong quá trình thử). Cũng cần nêu rõ mọi chi tiết cần thiết để nhận biết các điếu thuốc đã hút.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

### **Sử dụng phương pháp này kết hợp với phương pháp xác định nicotin**

Phương pháp này có thể được sử dụng kết hợp với phương pháp xác định nicotin trong phần ngưng tụ khói thuốc bằng sắc ký khí qui định trong TCVN 6679 : 2000 (ISO 10315). Có thể tiến hành như sau:

- Thêm một lượng chất chuẩn nội thích hợp qui định cho xác định nicotin trong dung môi được mô tả trong 4.4;
- Bơm một lượng dung dịch phần ngưng tụ khói thuốc lên cột phân tích nicotin, cột này được nối với detector ion hoá ngọn lửa, cũng như bơm lên cột nước và detector được mô tả trong phương pháp này.

Việc phân tích tự động đồng thời nicotin và nước có thể đạt được bằng cách sử dụng hệ thống phân nhánh hoặc bộ lấy mẫu tự động với hai vị trí bơm. Khi xác định nicotin và nước liên tiếp từ cùng một mẫu, thì xác định nước trước để tránh hấp thụ nước vào mẫu làm ảnh hưởng đến kết quả cuối cùng.

## **Phụ lục**

(tham khảo)

### **Tài liệu tham khảo**

- [1] ISO 3308, Máy hút thuốc lá phân tích thông thường – Định nghĩa và các điều kiện chuẩn (Routine analytical cigarette-smoking machine – Definitions and standard conditions).
- [2] TCVN 5078 : 2001 (ISO 3402), Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá – Môi trường bảo ôn và thử nghiệm.
- [3] TCVN 6684 : 2000 (ISO 8243), Thuốc lá điếu – Lấy mẫu.
- [4] TCVN 6679 : 2000 (ISO 10315), Thuốc lá điếu – Xác định nicotin trong khói ngưng tụ – Phương pháp sắc ký khí.
- [5] TCVN 6936-2 : 2001 (ISO 10362 - 2), Thuốc lá điếu – Xác định hàm lượng nước trong phần ngưng tụ khói thuốc – Phần 2: Phương pháp Karl Fischer.
- [6] CORESTA Report 91/1, Internal Bulletin of Cooperation of the Centre for Scientific Research Relative to Tobacco, 1991-1, ISSN 0525-6240.
-