

Thuốc lá điếu – Xác định chỉ số lưu giữ phần ngưng tụ khói thuốc của đầu lọc – Phương pháp đo phổ trực tiếp

*Cigarettes – Determination of smoke condensate retention index
of a filter – Direct spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo phổ trực tiếp ở bước sóng 450 nm để xác định chỉ số lưu giữ phần ngưng tụ khói thuốc trong thanh đầu lọc của thuốc lá điếu đầu lọc.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho thuốc lá điếu đầu lọc. Phương pháp này không áp dụng cho thuốc lá điếu có đầu lọc được nhuộm màu hoặc thuốc lá điếu có đầu lọc chứa các chất phụ gia đặc biệt, thí dụ chất phụ gia kiềm hoặc các chất hấp phụ như than hoạt tính.

Phương pháp thực nghiệm nhanh này chỉ liên quan đến phần ngưng tụ khói thuốc. Các kết quả không giải thích cho bất kỳ thành phần cụ thể nào của phần ngưng tụ khói thuốc.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

ISO 3308 : 1991 Routine analytical cigarette-smoking machine –Definitions and standard conditions (Máy hút thuốc lá phân tích thông thường – Định nghĩa và các điều kiện chuẩn).

TCVN 5078 : 2001 (ISO 3402 : 1999) Thuốc lá và sản phẩm thuốc lá – Môi trường bảo ôn và thử nghiệm.

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

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng định nghĩa sau:

3.1 Chỉ số lưu giữ phần ngưng tụ khói thuốc (R_c) ở thanh đầu lọc của điếu thuốc [Smoke condensate retention index (R_c) of a cigarette filter] : Tỷ lệ giữa phần ngưng tụ khói khô được giữ lại trong thanh đầu lọc và phần ngưng tụ khói khô đi vào đầu lọc, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng (xem hình 1).

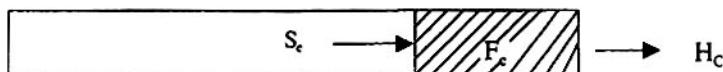
$$R_c = \frac{F_c}{S_c} \times 100 = \frac{F_c}{F_c + H_c} \times 100$$

trong đó

F_c là khối lượng phần ngưng tụ khói khô bị giữ lại trong đầu lọc;

S_c là khối lượng của phần ngưng tụ khói khô đi vào đầu lọc;

H_c là khối lượng của phần ngưng tụ khói khô trong luồng khói chính.



Hình 1

4 Nguyên tắc

Hút các điếu thuốc lá có đầu lọc theo TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387). Hoà tan phần ngưng tụ khói khô thu được từ luồng khói chính trong metanol. Tách phần đầu lọc khỏi đầu mẫu điếu thuốc và hòa tan phần ngưng tụ khói khô bị giữ lại trong đầu lọc vào metanol.

Xác định độ hấp thụ của hai dung dịch có metanol bằng cách đo phô ở bước sóng 450 nm và tính chỉ số lưu giữ từ tỷ lệ của các độ hấp thụ. Các độ hấp thụ này tỷ lệ thuận với các phần khối lượng của phần ngưng tụ khói khô (F_c và H_c).

5 Thuốc thử

5.1 Metanol, có hàm lượng nước nhỏ hơn 0,05% (m/m).

6 Thiết bị và dụng cụ

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

6.1 Buồng bảo ôn, được điều hoà theo các yêu cầu của TCVN 5078 : 2001 (ISO 3402.).

6.2 Máy hút thuốc lá phân tích thông thường, đáp ứng các yêu cầu của ISO 3308 và TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387).

6.3 Phổ kế, phù hợp để đo ở bước sóng 450 nm.

6.4 Cuvet phù hợp bằng thạch anh, có chiều dài đường quang 10 mm, 5 mm và/ hoặc 20 mm, nếu cần.

6.5 Bình định mức, dung tích 100 ml, hoặc 125 ml có nắp thuỷ tinh mài.

6.6 Pipet một vạch, dung tích 5 ml và 10 ml.

6.7 Máy ly tâm, có khả năng tạo gia tốc ly tâm tương đối 25 g (1 g = 9,81 m/s²).

7 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 6684 : 2000 (ISO 8243 : 1991).

8 Cách tiến hành

8.1 Bảo ôn mẫu thử

Giữ mẫu thử trong buồng bảo ôn (6.1) cho đến khi lượng không đổi.

8.2 Phần mẫu thử

Lấy phần mẫu thử gồm 20 điếu thuốc lá đầu lọc từ mẫu thử đã bảo ôn (8.1).

8.3 Tiến hành xác định

8.3.1 Hút các điếu thuốc lá

Dùng máy hút thuốc lá phân tích thông thường (6.2) hút phần mẫu thử (8.2) gồm 20 điếu thuốc lá đầu lọc phù hợp với TCVN 6680 : 2000 (ISO 4387).

Chú thích 1 – Số lượng điếu thuốc lá được hút trong mỗi bẫy phụ thuộc vào đường kính của bộ lọc bằng sợi thuỷ tinh và phần ngưng tụ khói thô của điếu thuốc.

Đối với bẫy khói có đường kính 44 mm, thì số lượng điếu thuốc được hút thường là 5.

Đối với bẫy khói có đường kính 92 mm, thì số lượng điếu thuốc được hút thường là 20.

Dập tắt mẫu thuốc còn lại bằng cách tách bỏ phần còn cháy, lấy đầu lọc ra và loại bỏ phần giấy ghép đầu lọc, giấy quấn đầu lọc và các sợi thuốc lá còn dính lại.

8.3.2 Chuẩn bị dung dịch ngưng tụ khói thô trong metanol

8.3.2.1 Gộp tất cả các đầu lọc thuốc lá từ một kênh của máy hút và cho vào 100 ml metanol (5.1) chứa trong bình định mức (6.5). Tiến hành tương tự đối với các đầu lọc lấy ra từ các kênh khác. Đậy nắp các bình, trộn kỹ các chất trong mỗi bình, sau đó để yên ở nơi tối trong khoảng 24 giờ.

8.3.2.2 Tháo các đĩa lọc sợi thuỷ tinh ra khỏi bộ bẫy khói và từ mỗi đĩa chuẩn bị dung dịch chất ngưng tụ thô trong 100 ml metanol (5.1) chứa trong bình định mức (6.5).

Đậy nắp bình, trộn kỹ các chất trong từng bình và để yên ở chỗ tối trong khoảng thời gian giống như đối với các dung dịch metanol thu được từ các thanh đầu lọc (8.3.2.1).

8.3.2.3 Dùng pipet (6.6) hút các dung dịch ngưng tụ khói thô đã chuẩn bị trong 8.3.2.1 và trong 8.3.2.2, mỗi dung dịch từ 5 ml đến 10 ml cho vào máy li tâm (6.7) và li tâm khoảng 1 min để loại bỏ chất lơ lửng.

8.3.3 Đo

Kiểm tra sự ổn định độ hấp thụ của từng cuvet (6.4) trước và sau mỗi lần đo.

Các cuvet thạch anh có chiều dài đường quang 10 mm (6.4) thường là thích hợp để đo phổ, nhưng phải tham khảo 10.3.

Dùng phổ kế (6.3) đo các độ hấp thụ của các dung dịch ngưng tụ khói thô nổi phía trên ở bước sóng 450 nm so sánh với mẫu trắng metanol.

Biểu thị các giá trị hấp thụ của các dung dịch từ các thanh đầu lọc là A_F và độ hấp thụ của các dung dịch từ các đĩa lọc sợi thuỷ tinh là A_H .

9 Biểu thị kết quả

Chỉ số lưu giữ phần ngưng tụ khói thuốc của đầu lọc, R_c , đối với từng kênh của máy hút, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức :

$$R_c = \frac{F_c}{F_c + H_c} \times 100 = \frac{A_F / l_1}{A_F / l_1 + A_H / l_2} \times 100$$

trong đó

A_F là độ hấp thụ của chất chiết được từ các thanh đầu lọc đã gộp lại đối với một kênh, đo được trong cuvet có chiều dài đường quang l_1 , tính bằng milimet;

A_H là độ hấp thụ của chất chiết được từ đĩa lọc sợi thuỷ tinh tương ứng với cùng một kênh, đo được trong cuvet có chiều dài đường quang l_2 , tính bằng milimet;

Nếu sử dụng phương pháp mô tả trong 10.3.2 thì việc tính toán này không thay đổi. Nếu sử dụng phương pháp mô tả trong 10.3.3, thì phải tính đến hệ số pha loãng thích hợp.

Biểu thị chỉ số lưu giữ phần ngưng tụ khói thuốc, R_c , đối với các điều thuốc của từng kênh hút, bằng phần trăm khối lượng, chính xác đến 1%.

10 Lưu ý về qui trình

10.1 Tách các đầu mẫu thuốc và chiết các đầu lọc trong metanol (8.3.2) ngay sau mỗi lần thực hiện hút (8.3.1).

10.2 Độ hấp thụ của dịch chiết trong metanol của các mẫu trắng chứa đĩa lọc sợi thuỷ tinh, xenlulo axetat và / hoặc các giấy quấn đầu lọc ở bước sóng đã chọn nên giống độ hấp thụ của mẫu trắng metanol.

10.3 Để thu được độ chính xác tối ưu, các giá trị hấp thụ đối với các dung dịch thử nên nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,7. Nhìn chung, với cuvet có chiều dài đường quang 10 mm, thì có thể sử dụng các dung dịch metanol chưa pha loãng.

10.3.1 Nếu độ hấp thụ nhỏ hơn 0,1 thì có thể sử dụng cuvet có chiều dài đường quang dài hơn. Tương tự, nếu độ hấp thụ lớn hơn 0,7 thì có thể sử dụng cuvet có chiều dài đường quang ngắn hơn. Nếu không thể sử dụng cuvet có chiều dài đường quang dài hơn hoặc ngắn hơn do cấu trúc của phô kẽ, thì khi đó có thể sử dụng các phương pháp mô tả trong 10.3.2 hoặc 10.3.3.

10.3.2 Nếu độ hấp thụ nhỏ hơn 0,1 thì chọn bước sóng ngắn hơn 450 nm nhưng không dưới 350 nm.

Chú thích 2 – Việc thực hiện xác định ở bước sóng khác chỉ ảnh hưởng đến mức hấp thụ và không ảnh hưởng đến độ chính xác của phép xác định.

Vì bước sóng đã được chọn cho phép xác định cụ thể, nên việc chọn này phải ổn định cho đến khi kết thúc phép xác định.

10.3.3 Nếu độ hấp thụ lớn hơn 0,7 thì điều chỉnh nồng độ bằng cách pha loãng dung dịch mẫu đến thể tích đã đo.

Chú thích 3 – Thông thường khi hút 20 điếu thuốc trên đĩa lọc đường kính 92 mm, thì nên pha loãng bốn lần các dung dịch chất ngưng tụ.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ phương pháp sử dụng và các kết quả thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tuỳ ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

Đặc biệt, báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau :

- các số liệu đặc trưng về thuốc lá điếu;
- qui trình lấy mẫu, bao gồm :
 - phương pháp lấy mẫu,
 - số lượng điếu thuốc tạo thành mẫu thử, và
 - ngày và địa điểm lấy mẫu;
- môi trường bảo ôn và thử nghiệm, theo TCVN 5078 : 2001 (ISO 3402);
- các kết quả thử nghiệm được biểu thị theo điều 9;
- ngày thử nghiệm.