

TCVN 7258 : 2003

**THUỐC LÁ VÀ CÁC SẢN PHẨM THUỐC LÁ –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG TỔNG SỐ BẰNG
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH DÒNG LIÊN TỤC**

*Tobacco and tobacco products –
Determination of total sugar content by continuous flow analysis*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 7258 : 2003 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 126 *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 các sản phẩm thuốc lá – Xác định hàm lượng đường tổng số bằng phương pháp phân tích dòng liên tục

Tobacco and tobacco products –

Determination of total sugar content by continuous flow analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng đường tổng số trong thuốc lá và sản phẩm thuốc lá bằng phương pháp phân tích dòng liên tục.

2 Nguyên tắc

Chuẩn bị dịch chiết thuốc lá bằng dung dịch axit axetic 5%. Đường tổng số trong dịch chiết thuốc lá được thủy phân thành các đường đơn bằng axit sunfuric, sau đó được trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit. Sử dụng feroxynua màu vàng khử các đường đơn thành ferixynua không màu, tương ứng với hàm lượng đường tổng số có trong mẫu. Sự giảm màu được đo ở bước sóng 420 nm bằng thiết bị phân tích dòng liên tục.

3 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và đặc biệt là các loại sau :

3.1 Cân phân tích, độ chính xác đến 0,1 mg.

3.2 Bình định mức, dung tích 50 ml; 100 ml; 250 ml; 1 000 ml.

3.3 Tủ lạnh.

3.5 Máy nghiền.

3.6 Rây, kích thước lỗ sàng $\leq 0,5$ mm.

3.7 Bình nón nút mài, dung tích 100 ml.

3.8 Máy phân tích dòng liên tục (CFA).

3.9 Màng lọc, cỡ lỗ $0,45 \mu\text{m}$.

3.10 Cốc thuỷ tinh, dung tích 250 ml; 500 ml; 1 000 ml.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, chỉ sử dụng nước cất hai lần hoặc nước đã khử ion.

4.1 Dung dịch axit axetic (CH_3COOH) 5% V/V: Thêm 50 ml axit axetic băng vào 500 ml nước đựng trong bình định mức 1 000 ml (3.2). Pha loãng bằng nước đến vạch, lắc đều. Dung dịch này dùng để chiết mẫu, chuẩn bị dung dịch chuẩn và dung dịch rửa.

4.2 Dung dịch Brij - 35 (ete lauryl polyoxyetylen): Cân 250 g Brij 35, cho vào cốc thuỷ tinh 1 000 ml (3.10) có chứa 500 ml nước, làm ấm và khuấy cho tan hết, rồi chuyển vào bình định mức 1000 ml (3.2), thêm nước đến vạch.

4.3 Axit sunfuric (H_2SO_4) 0,5N: Thêm từ từ 14 ml axit sunfuric H_2SO_4 đậm đặc vào cốc thuỷ tinh 1 000ml (3.10) có chứa khoảng 600 ml nước. Khuấy đều rồi chuyển vào bình định mức 1 000 ml (3.2) thêm nước đến gần vạch mức, sau đó thêm 0,5 ml dung dịch Brij - 35 rồi thêm nước đến vạch định mức và lắc đều. Không dùng dung dịch khi đã bị vẩn đục.

4.4 Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 1,8 N: Hoà tan 75 gam NaOH vào cốc thuỷ tinh 1 000 ml (3.10) có chứa khoảng 600 ml nước, chuyển vào bình định mức 1000 ml (3.2) thêm nước đến gần vạch mức khuấy cho tan hết, sau đó thêm 0,5 ml dung dịch Brij – 35 (4.2) rồi thêm nước đến vạch định mức. Không dùng dung dịch khi đã bị vẩn đục.

4.5 Dung dịch kali feroxyanua [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$]: Hoà tan 10 g natri cacbonat vào cốc 500 ml (3.10), thêm 0,2 g kali feroxyanua khuấy cho tan hết. Chuyển vào bình định mức 1 000 ml (3.2), thêm nước đến gần vạch mức, sau đó thêm 1ml dung dịch Brij – 35 (4.2), rồi thêm nước đến vạch mức và lắc đều. Dung dịch này được đựng trong chai nhựa. Chỉ sử dụng dung dịch trong vòng 14 ngày.

4.6 Dung dịch chuẩn gốc *d* - glucoza, 10 g/l: Hoà tan 2,5 g *d* - glucoza trong khoảng 100 ml dung dịch axit axetic 5% (4.1), chuyển vào bình định mức 250 ml (3.2) và pha loãng đến vạch mức bằng dung dịch axit axetic 5%. Dung dịch này chứa 10,0 mg đường/ml. Bảo quản dung dịch này trong tủ lạnh và sử dụng trong vòng một tháng.

4.7 Dung dịch chuẩn làm việc: Dùng pipet lấy 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml và 25 ml dung dịch chuẩn gốc cho vào dây các bình định mức 100 ml (3.2). Pha loãng đến vạch mức bằng dung dịch axit axetic 5% (4.1). Bảo quản dung dịch này trong tủ lạnh khi không sử dụng và loại bỏ sau 2 tuần. Các dung dịch chuẩn này chứa tương ứng : 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 và 2,5 mg đường/ml.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu

Cân 0,2 g chính xác đến 1 mg mẫu thuốc lá bột đã được nghiền và cho qua rây kích thước 0,5 mm (3.6), cho vào bình nón nút mài khô dung tích 100 ml (3.7). Thêm 20 ml dung dịch axit axetic 5% (4.1) và lắc trong 30 phút. Lọc hỗn hợp qua màng lọc 0,45 µm (3.9), thu dịch lọc để xác định đường tổng số trên thiết bị phân tích dòng liên tục.

5.2 Cách tiến hành

Bật máy phân tích dòng liên tục, cài đặt chương trình chạy máy theo hướng dẫn của nhà sản xuất, bật bộ phận bơm và tiến hành bơm rửa hệ thống trong 10 phút trước khi tiến hành phân tích. Tiến hành đo dãy dung dịch chuẩn, rồi đo các dung dịch mẫu. Trong quá trình đo mẫu, phải tiến hành kiểm tra nồng độ dung dịch tiêu chuẩn trong dãy chuẩn, cứ 10 mẫu thử kiểm tra 1 lần dung dịch tiêu chuẩn.

Nếu nồng độ của mẫu thử nằm ngoài dải nồng độ dung dịch tiêu chuẩn, thì phải pha loãng mẫu thử và tiến hành chạy lại.

6 Tính toán và biểu thị kết quả

6.1 Dụng đồ thị đường chuẩn theo chiều cao pic và nồng độ của các dung dịch tiêu chuẩn.

6.2 Tính hàm lượng đường tổng số trong mẫu thử

Hàm lượng đường tổng số trong mẫu thuốc lá được tính theo công thức sau:

$$\% \text{ đường tổng số} = \frac{C \times V \times 100}{m \times 1000} \times \frac{100}{100 - w}$$

trong đó

C là nồng độ đường tổng số tính được từ đường chuẩn, tính bằng miligam trên mililit;

V là thể tích của dịch chiết đã chuẩn bị, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng miligam;

w là độ ẩm của mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng.

TCVN 7258 : 2003

Hàm lượng đường tổng số được biểu thị bằng phần trăm khối lượng. Kết quả mẫu thử được lấy đến một số sau dấu phẩy.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ hàm lượng đường tổng số thu được và phương pháp đã sử dụng, tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.
