

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 6681:2000**

**ISO 13276:1997**

**THUỐC LÁ VÀ SẢN PHẨM THUỐC LÁ – XÁC ĐỊNH ĐỘ  
TINH KHIẾT CỦA NICOTIN – PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG  
SỬ DỤNG AXIT TUNGSTOSILIXIC**

*Tobacco and tobacco products – Determination of nicotine purity –  
Gravimetric method using tungstosilicic acid*

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 6681:2000 hoàn toàn tương đương với ISO 13276:1997;

TCVN 6681:2000 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, Công nghệ và Môi trường (nay là 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 độ tinh khiết của nicotin – Phương pháp khối lượng sử dụng axit tungstosilixic

*Tobacco and tobacco products – Determination of nicotine purity – Gravimetric method using tungstosilicic acid*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp khối lượng sử dụng axit tungstosilixic để xác định độ tinh khiết của nicotin.

Phương pháp này có thể áp dụng cho nicotin tinh khiết hoặc các muối của nicotin được sử dụng để hiệu chuẩn các phương pháp phân tích xác định nicotin trong lĩnh vực thuốc lá, sản phẩm thuốc lá và phân tích khói.

### 2 Nguyên tắc

Việc tạo phức của nicotin hoặc các muối của nicotin với axit tungstosilixic sẽ tạo thành các silicotungstat nicotin không tan. Khối lượng kết tủa có thể xác định được bằng hai cách: lọc bằng phễu thủy tinh xốp rồi sấy khô hoặc là lọc bằng giấy lọc không tàn rồi nung.

### 3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

#### 3.1 Dung dịch axit tungstosilixic

Hoà tan 12 g axit dodeca-tungstosilixic ( $\text{SiO}_2 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 26\text{H}_2\text{O}$ ) trong 100 ml nước cất.

CHÚ THÍCH Không sử dụng các axit tungstosilixic ở các dạng khác như  $4\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 10\text{WO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  hoặc  $4\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 20\text{H}_2\text{O}$  vì chúng không tạo ra kết tủa tinh thể với nicotin.

## TCVN 6681: 2000

### 3.2 Dung dịch axit clohydric, HCl, 20 % (phần thể tích).

Pha loãng 20 ml axit clohydric,  $\rho_{20}(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$ , bằng nước cất đến 100 ml.

### 3.3 Dung dịch axit clohydric, HCl, 0,1 % (phần thể tích).

Pha loãng 5 ml dung dịch axit clohydric (3.2) bằng nước đến 1 lít.

### 3.4 Dung dịch nicotin, $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2) = 0,1 \text{ mg/ml}$ .

Hoà tan 2,5 mg nicotin ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2$ ) trong bình định mức (4.1) bằng nước và pha loãng đến vạch mức 25 ml.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

### 4.1 Bình định mức, dung tích 25 ml.

### 4.2 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

### 4.3 Kính mặt đồng hồ.

### 4.4 Que khuấy thuỷ tinh.

### 4.5 Bình hút ẩm, có chứa chất làm khô.

### 4.6 Dụng cụ sử dụng cho qui trình lọc bằng bộ lọc thuỷ tinh.

#### 4.6.1 Phễu lọc thuỷ tinh có lỗ xốp (loại Gooch), có độ xốp 2 (40 $\mu\text{m}$ đến 100 $\mu\text{m}$ ).

#### 4.6.2 Bình lọc (bình Buchner).

#### 4.6.3 Nguồn chân không.

#### 4.6.4 Tủ sấy phòng thí nghiệm, có thể khống chế nhiệt độ ở $120^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ .

### 4.7 Dụng cụ sử dụng cho qui trình lọc bằng giấy lọc.

#### 4.7.1 Giấy lọc không tro.<sup>1)</sup>

#### 4.7.2 Chén nung bằng sứ hoặc bằng platin.

#### 4.7.3 Bình đốt Bunsen bằng ga hoặc bằng điện, có thể duy trì nhiệt độ trên $600^\circ\text{C}$ .

#### 4.7.4 Lò nung, có thể duy trì nhiệt độ trên $600^\circ\text{C}$ (tùy chọn).

### 4.8 Cân phân tích, có độ phân giải 0,1 mg.

<sup>1)</sup> Giấy lọc không tro Whatman No.42 là một ví dụ của sản phẩm bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không được Tổ chức Tiêu chuẩn hoá Quốc tế xác nhận.

## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Qui trình kết tủa

Cân 5 phần mỗi phần khoảng 0,1 g nicotin alkaloid, chính xác đến 0,0001 g (hoặc một lượng muối nicotin tương đương) ( $m$ ) cho vào trong từng cốc có mỏ dung tích 250 ml (4.2), mỗi cốc được đặt một que khuấy thuỷ tinh (4.4).

Rót vào mỗi cốc 100 ml nước. Thêm 2 ml dung dịch axit clohydric 20 % (3.2) vào từng cốc và khuấy. Không lấy que khuấy ra khỏi cốc.

Thêm từ từ 15 ml dung dịch axit tungstosilixic (3.1), vừa thêm vừa khuấy. Dùng kính mặt đồng hồ (4.3) đậy các cốc, để qua đêm trong khi vẫn để nguyên que khuấy. Trước khi lọc, khuấy kết tủa để kết tủa lắng nhanh và tạo thành dạng tinh thể. Cho thêm vài giọt dung dịch axit tungstosilixic để kiểm tra xem đã kết tủa hoàn toàn chưa.

### 5.2 Qui trình lọc

Việc lọc có thể được tiến hành theo qui trình nêu trong 5.2.1 hoặc trong 5.2.2.

#### 5.2.1 Qui trình lọc bằng bộ lọc thuỷ tinh

Sấy khô phễu lọc thuỷ tinh (4.6.1) trong tủ sấy (4.6.4) ở 120 °C đến khối lượng không đổi ( $\pm 1$  mg). Bảo quản trong bình hút ẩm (4.5).

Cân từng phễu lọc thuỷ tinh (4.6.1),  $m_1$ , chính xác đến 0,0001 g và lọc trực tiếp chất kết tủa qua phễu lọc sử dụng bình Buchner (4.6.2) và nguồn chân không (4.6.3). Chuyển toàn bộ kết tủa trong cốc vào phễu sao cho không còn kết tủa bám vào thành cốc và que khuấy, rửa cốc và que khuấy bằng dung dịch axit clohydric (3.3) ba lần, mỗi lần 15 ml. Loại bỏ dung dịch rửa.

Tráng tiếp bằng dung dịch axit clohydric (3.3) (có thể cần đến 400 ml), thu lấy nước tráng và kiểm tra bằng vài giọt dung dịch nicotin (3.4) để chắc chắn là không xuất hiện màu trắng sữa; nghĩa là rửa sạch hết axit tungstosilixic.

Sấy khô từng phễu thuỷ tinh có chứa chất kết tủa trong tủ sấy (4.6.4) 3 h ở 120 °C. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0001 g,  $m_2$ . Đặt các phễu lọc lại vào tủ sấy trong vòng 1 h, để nguội rồi cân lại. Nếu cần, lặp lại cho đến khi thu được khối lượng không đổi ( $\pm 1$  mg).

#### 5.2.2 Qui trình lọc bằng giấy lọc

Lọc kết tủa trực tiếp vào giấy lọc không tro (4.7.1). Chuyển toàn bộ kết tủa vào giấy lọc sao cho không còn kết tủa bám vào thành cốc và que khuấy, rửa cốc và que khuấy bằng dung dịch axit clohydric (3.3) ba lần mỗi lần 15 ml. Loại bỏ dung dịch rửa.

## TCVN 6681: 2000

Tráng tiếp bằng dung dịch axit clohydric (3.3) (có thể cần đến 400 ml), thu lấy nước tráng và kiểm tra bằng vài giọt dung dịch nicotin (3.4) để chắc chắn là không xuất hiện màu trắng sữa; nghĩa là đã rửa hết sạch axit tungstosilixic.

Sấy khô từng chén nung (4.7.2) trên đầu ngọn lửa Bunsen (4.7.3) hoặc trong lò (4.7.4) ở nhiệt độ 600 °C cho đến khối lượng không đổi ( $\pm 1$  mg). Bảo quản trong bình hút ẩm (4.5).

Cân từng chén nung (4.7.2),  $m_1$ , chính xác đến 0,0001 g. Cho giấy lọc và chất kết tủa vào chén nung. Đặt chén nung lên giá nung silica trên giá ba chân, đốt nóng nhẹ ở giai đoạn đầu và sau đó nung bằng đầu đốt Bunsen (4.7.3). Cần thận làm nát mẫu trong chén để loại bỏ hoàn toàn cacbon. Phần cặn cuối cùng phải có màu hơi xanh/vàng. Để nguội trong bình hút ẩm (4.5) và cân,  $m_2$ , chính xác đến 0,0001 g. Lặp lại quá trình đốt cho đến khi thu được khối lượng không đổi ( $\pm 1$  mg).

CHÚ THÍCH 2 Sau khi nung giấy lọc, để thuận tiện có thể đặt chén vào lò nung (4.7.4) qua đêm ở nhiệt độ trên 600 °C. Kỹ thuật này đảm bảo là không cần phải nung tiếp mẫu.

## 6 Biểu thị kết quả

Độ tinh khiết của nicotin hoặc độ tinh khiết của các muối nicotin,  $NP$ , tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau đây:

$$NP = \frac{(m_2 - m_1) \times C}{m} \times 100$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng chén nung đã sấy khô không chứa mẫu, tính bằng miligam;

$m_2$  là khối lượng chén nung cùng với chất kết tủa sau khi sấy khô (5.2.1) hoặc nung (5.2.2), tính bằng miligam;

$C$  là hệ số phụ thuộc vào qui trình lọc;

~ 0,1012 đối với qui trình lọc bằng bộ lọc thuỷ tinh xốp (5.2.1);

~ 0,1141 đối với qui trình lọc bằng giấy lọc (5.2.2);

$m$  là khối lượng tương đương của nicotin trong mẫu thử tính bằng miligam.

Khi sử dụng phương pháp xác định độ tinh khiết của muối nicotin, tính khối lượng tương đương nicotin  $m$  từ khối lượng muối nicotin  $m_s$  theo công thức :

$$m = m_s \times \frac{162,2}{M_s}$$

trong đó  $M_s$  là khối lượng phân tử của muối nicotin.

Lấy kết quả là trung bình cộng của năm lần xác định, lấy kết quả đến một chữ số sau dấu phẩy.



## 7 Độ lặp lại và độ tái lập

Một nghiên cứu liên phòng quốc tế gồm 17 phòng thử nghiệm tham gia và tiến hành trên 2 mẫu trong năm 1993 cho thấy khi phân tích nicotin tinh khiết và nicotin tinh khiết đã bị biến chất bằng phương pháp này đã thu được các giá trị về độ lặp lại ( $r$ ) và độ tái lập ( $R$ ) như sau:

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm thu được qua các lần phân tích khác nhau, do cùng một người thực hiện sử dụng cùng loại thiết bị, tiến hành trong khoảng thời gian ngắn, không được vượt quá giới hạn độ lặp lại ( $r$ ) trung bình một trong 20 trường hợp thông thường và thao tác đúng phương pháp.

Các kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được do hai phòng thử nghiệm thực hiện, không được vượt quá giới hạn độ tái lập ( $R$ ) trung bình một trong 20 trường hợp thông thường và thao tác đúng phương pháp.

Phân tích số liệu cho các đánh giá như đã tổng kết trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Đánh giá bằng phân tích các số liệu**

Loại nicotin	Độ tinh khiết trung bình của nicotin, %	Giới hạn độ lặp lại $r$	Giới hạn độ tái lập $R$
Tinh khiết (> 99 %)	98,8	2,2	3,8
Đã biến chất	96,7	1,6	3,2

Để tính giá trị  $r$  và  $R$ , kết quả một thử nghiệm được xem như giá trị thu được từ việc phân tích một lần đối với một mẫu.

CHÚ THÍCH 3 Việc đánh giá  $R$  được dựa trên kết quả trung bình của năm lần xác định riêng rẽ cho các giá trị sau đây: 2,9 đối với nicotin đã biến chất và 3,3 đối với nicotin tinh khiết.

## 8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả phải chỉ ra phương pháp sử dụng và kết quả thu được. Cũng phải đề cập đến 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 nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả các thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử.

**Phụ lục A**

(tham khảo)

**Tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 5958:1995 (ISO/IEC Hướng dẫn 25 : 1990) Yêu cầu chung về năng lực của phòng hiệu chuẩn và thử nghiệm.
-