

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6678:2000

ISO 8454:1995

**THUỐC LÁ ĐIỀU – XÁC ĐỊNH CACBON MONO OXIT
TRONG PHA HƠI CỦA KHÓI THUỐC LÁ –
PHƯƠNG PHÁP DÙNG MÁY PHÂN TÍCH HỒNG NGOẠI
KHÔNG PHÂN TÁN (NDIR)**

*Cigarettes – Determination of carbon monoxide in the vapour phase
of cigarettes smoke – NDIR method*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6678:2000 hoàn toàn tương đương với ISO 8454:1995;

TCVN 6678:2000 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 điếu – Xác định cacbon mono oxit trong pha hơi của khói thuốc lá – Phương pháp dùng máy phân tích hồng ngoại không phân tán (NDIR)

Cigarettes – Determination of carbon monoxide in the vapour phase of cigarettes smoke – NDIR method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định cacbon mono oxit (CO) trong pha hơi của khói thuốc lá.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 3308:1991, Máy hút thuốc lá phân tích thông dụng – Định nghĩa và các điều kiện chuẩn.

ISO 3402:1991, 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 tổng hàm lượng chất hạt và chất hạt khô không chứa nicotin bằng 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 các định nghĩa sau:

3.1 Pha hơi: Phần khói đi qua bảy pha hạt trong quá trình hút, phù hợp với TCVN 6680:2000 (ISO 4387:1991), sử dụng máy hút qui định trong ISO 3308.

3.2 Hơi hút làm sạch: Bất kỳ luồng hơi nào được thực hiện sau khi điếu thuốc đã tắt hoặc điếu thuốc đã được lấy ra khỏi ống giữ điếu thuốc.

4 Nguyên tắc

Hút các điếu thuốc theo qui trình hút qui định trong TCVN 6680:2000 (ISO 4387). Thu lấy pha hơi của khói thuốc và dùng máy phân tích hồng ngoại không phân tán (NDIR) đã được hiệu chuẩn để xác định lượng cacbon mono oxit. Tính hàm lượng cacbon mono oxit trên một điếu thuốc.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và:

5.1 Môi trường hút cách ly, được duy trì một cách chính xác phù hợp với các điều kiện qui định trong ISO 3402:1991, để bảo ôn các điếu thuốc mẫu trước khi hút (xem thêm 8.1).

5.2 Máy hút thuốc lá phân tích thông thường và các phụ kiện, phù hợp với yêu cầu của ISO 3308.

5.3 Hệ thống thu nhận pha hơi, có thể được gắn với một hoặc nhiều kênh của máy hút. Việc sử dụng hệ thống này phải đảm bảo là thu được toàn bộ pha hơi (thông thường được thoát vào không khí) rồi đưa vào bảo quản trong một vật chứa đã được hút chân không từ trước, sau đó dùng làm mẫu cho chạy qua máy phân tích NDIR.

Hệ thống thu nhận không được gây ảnh hưởng đến hoạt động bình thường của máy hút thuốc lá và kết quả xác định tổng hàm lượng chất ngưng tụ và nicotin.

Dùng pha hơi chứa 4 % đến 6 % (phần thể tích) khí CO để kiểm tra tính không thấm của thiết bị thu nhận khí đối với pha hơi. Nồng độ CO được đo trực tiếp sau khi thu đầy pha hơi vào vật chứa đã được rút chân không từ trước. Sau khoảng thời gian không dưới 2 h, nồng độ CO đo được của pha khí trong dụng cụ không được sai lệch quá 0,2 % nồng độ của lần xác định thứ nhất.

Khi dùng túi để làm dụng cụ thu nhận khí, thì túi đó phải đủ lớn để tránh việc áp suất trong túi khi đầy khí lớn hơn áp suất của không khí xung quanh.

CHỈ THÍCH 1 Dung tích của túi cũng không nên lớn quá hai lần dung tích của lượng khí thu nhận được ở áp suất không khí thường. Trên thực tế, việc thu pha hơi của 5 điếu thuốc lá cần đến dung tích 3 lit và việc thu nhận pha hơi của 20 điếu thuốc lá cần đến dung tích 10 lit.

5.4 Máy phân tích hồng ngoại không phân tán (NDIR) có chọn lọc và đã được hiệu chuẩn, để xác định cacbon mono oxit trong pha hơi và pha khí.

Máy phân tích của một số nhà sản xuất có khoảng làm việc thích hợp từ 0 % đến 10 % (phần thể tích) CO và tốc độ đưa mẫu trong khoảng từ 0,5 lít/ min đến 2 lít/min. Trong những điều kiện nhiệt độ và áp suất ổn định, thì máy phải có độ chính xác 1 %, độ tuyến tính 1 % và độ lặp lại 0,2 % trên toàn thang đo. Chỉ số máy đưa ra khi có 10 % (phần thể tích) CO₂ không được vượt quá 0,05 % (phần thể tích) tính theo CO. Chỉ số máy đưa ra khi có 2 % (phần thể tích) hơi nước không được vượt quá 0,05 % (phần thể tích) tính theo CO.

5.5 Dụng cụ môi điều thuốc lá

Sử dụng dụng cụ môi không ngọn lửa. Bật lửa phải châm được điều thuốc ngay từ lần môi đầu tiên mà không được chạm vào điều thuốc và không đốt thuốc cháy thành tro ngay.

5.6 Khí áp kế, có thể đo chính xác đến 0,1 kPa.

5.7 Nhiệt kế, có thể đo chính xác đến 0,2 °C.

6 Hỗn hợp khí chuẩn

Không sử dụng các loại hỗn hợp khí không phải là nitơ, ví dụ như heli làm khí phụ trợ, vì có thể sẽ cho kết quả CO khác.

CHÚ THÍCH 2 Dùng các khí có độ tinh khiết cao và vẫn còn trong thời hạn sử dụng.

Máy phân tích NDIR phải được hiệu chuẩn ít nhất bằng ba hỗn hợp khí chuẩn đã biết trước nồng độ ở khoảng sai số tương đối 2 % trong phạm vi dự kiến, sao để tránh được phép ngoại suy của đường chuẩn; hỗn hợp 1 %, 3 % và 5 % (phần thể tích) khí CO trong nitơ có thể phù hợp.

7 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 6684:2000 (ISO 8243:1991).

8 Cách tiến hành

8.1 Bảo ôn

Bảo ôn phần mẫu thử đại diện cho mẫu thử nghiệm phù hợp với ISO 3402:1991. Kiểm tra trạng thái cân bằng đúng mục đích theo mô tả trong ISO 3402:1991.

Môi trường trong phòng thử nghiệm, nơi tiến hành hút cũng phải phù hợp với ISO 3402:1991. Đặt phần mẫu thử đã bảo ôn vào vật chứa kín khí (chỉ đủ rộng để chứa phần mẫu thử) và lấy từng điều thuốc một ra khỏi vật chứa ngay trước khi hút.

8.2 Hiệu chuẩn máy phân tích hồng ngoại không phân tán

8.2.1 Khởi động cho nóng máy theo hướng dẫn của nhà sản xuất, thổi không khí để làm sạch máy và chỉnh máy về zero.

8.2.2 Hút đầy túi thu nhận pha hơi đã tạo chân không bằng hỗn hợp khí chuẩn CO, thông thường là 5 % (phần thể tích) CO, tạo lại chân không và lại nạp đầy khí. Đảm bảo rằng khí trong vật chứa có nhiệt độ và áp suất như môi trường xung quanh. Dùng hệ thống bơm lấy mẫu nạp khí vào cuvet đo để từ 5 s đến 10 s cho cân bằng áp suất của máy phân tích. Ghi lại số chỉ báo nồng độ trên máy khi đã thu được giá trị ổn định.

TCVN 6678:2000

Nếu cần, chỉnh số đọc của dụng cụ cho hợp với chỉ số của khí chuẩn.

8.2.3 Lập lại qui trình theo qui định trong 8.2.2 ít nhất là hai lần với các hỗn hợp khí chuẩn khác. Nếu chênh lệch giữa giá trị quan sát được và giá trị ước tính vượt quá 0,2 % (phần thể tích) CO, cần chú ý đến độ tuyến tính của máy phân tích.

8.2.4 Hiệu chuẩn lại dụng cụ ít nhất một tuần một lần, sử dụng các khí chuẩn. Đường hiệu chuẩn phải tuyến tính trong các giới hạn ở 5.4.

8.2.5 Kiểm tra việc hiệu chuẩn trước khi đo, dùng khí chuẩn chứa 5 % (phần thể tích) cacbon mono oxit. Nếu có sự chênh lệch giữa giá trị quan sát được và giá trị ước tính vượt quá 0,2 % (phần thể tích) CO, thì lập lại qui trình hiệu chuẩn (8.2).

8.3 Hút thuốc và thu nhận pha hơi

8.3.1 Chuẩn bị hệ thống thu nhận pha hơi

Chuẩn bị hệ thống theo các hướng dẫn của thiết bị.

Đảm bảo rằng thiết bị thu nhận pha hơi đã nạp đầy bằng không khí môi trường và đã được tạo chân không trước khi bắt đầu quá trình hút. Sau khi hút, thiết bị thu nhận phải được tạo chân không.

8.3.2 Qui trình hút

8.3.2.1 Hút các điều thuốc phù hợp với qui trình trong TCVN 6680:2000 (ISO 4387).

8.3.2.2 Sau khi kết thúc việc thực hiện hút, tháo bỏ mẫu tàn thuốc và tiến hành nằm hơi hút làm sạch đối với mỗi bẫy hút.

8.3.2.3 Ghi lại tổng số hơi hút đã thực hiện trên mỗi kênh, nghĩa là các hơi hút cộng với hơi hút làm sạch.

8.4 Đo thể tích cacbon mono oxit

8.4.1 Kiểm tra lại việc hiệu chuẩn của máy phân tích (xem 8.2.5) và tạo pha hơi trong cuvet đo của máy phân tích ở cùng một điều kiện nhiệt độ và áp suất môi trường như khi lấy mẫu và cùng tốc độ khí như đã dùng để hiệu chuẩn. Đọc nồng độ cacbon mono oxit trên bộ chỉ báo của máy phân tích.

8.4.2 Sau mỗi lần hút, làm rỗng bộ phận thu nhận pha hơi và làm đầy lại bằng không khí. Chuẩn bị sẵn thiết bị cho lần hút sau bắt đầu từ 8.3.2.1.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính thể tích trung bình của cacbon mono oxit trên điều

Trung bình thể tích cacbon mono oxit trên điều theo công thức (1) :

$$V_{as} = \frac{C \times V \times N \times p \times T_0}{S \times 100 \times p_0 \times (t + T_0)} \quad (1)$$

trong đó

V_{as} là thể tích trung bình của cacbon mono oxit trên điều, tính bằng mililit;

C là phần trăm thể tích cacbon mono oxit quan sát được;

V là thể tích hơi hút, tính bằng mililit;

N là số lần hút được thực hiện trong mẫu đo được (kể cả các lần hút làm sạch);

P là áp suất không khí xung quanh, tính bằng kilopascal;

P_0 là áp suất khí quyển chuẩn, tính bằng kilopascal;

S là số lượng điều thuốc đã hút;

T_0 là nhiệt độ của nước, tính bằng Kelvin;

t là nhiệt độ môi trường xung quanh, tính bằng độ C;

Đối với $V = 35$ ml và sử dụng giá trị làm tròn p_0 (101,3 kPa) và T_0 (273 K), công thức (1) sẽ là :

$$V_{as} = 0,9432 \times \frac{C \times N \times p}{S \times (t + 273)} \quad (2)$$

9.2 Tính khối lượng trung bình của cacbon mono oxit trên điều

Khối lượng trung bình của cacbon mono oxit trên điều được tính theo công thức (3) :

$$m_{cig} = \frac{C \times V \times N \times p \times T_0 \times M_{co}}{S \times 100 \times p_0 \times (t + 273) \times V_m} \quad (3)$$

trong đó

m_{cig} là khối lượng trung bình của cacbon mono oxit trên điều, tính bằng miligam;

M_{co} là phân tử lượng của cacbon mono oxit, tính bằng gam trên mol;

V_m là thể tích phân tử của khí lý tưởng, tính bằng lít trên mol.

Các ký hiệu khác được định nghĩa trong 9.1.

Đối với $V = 35$ ml và sử dụng giá trị làm tròn M_{co} (28 g/mol) và V_m (22,4 l/mol), công thức (3) sẽ là :

$$m_{cig} = 1,179 \times \frac{C \times N \times p}{S \times (t + 273)} \quad (4)$$

10 Độ lặp lại và độ tái lập

Một nghiên cứu liên phòng quốc tế gồm 32 phòng thử nghiệm tham gia và tiến hành trên 4 mẫu trong năm 1993 cho thấy các giá trị về độ lặp lại (r) và độ tái lập (R) của phương pháp này như sau :

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ trên các mẫu thuốc lá điều thích hợp, do một người thực hiện, sử dụng cùng loại thiết bị, tiến hành trong khoảng thời gian ngắn nhất sẽ vượt quá độ lặp lại (r) về giá trị trung bình không lớn hơn một lần trong 20 trường hợp thông thường và thao tác chính xác phương pháp này.

Các kết quả thử nghiệm riêng rẽ trên các mẫu thích hợp thu được do hai phòng thử nghiệm thực hiện, sẽ lớn hơn độ tái lập về giá trị trung bình không lớn hơn một lần trong 20 trường hợp thông thường và thao tác chính xác phương pháp này.

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

Bảng 1

Giá trị trung bình của cacbon mono oxit mg	Độ lặp lại r	Độ tái lập R
3,45	0,47	1,18
3,56	0,42	1,03
9,89	0,85	2,22
13,80	1,09	3,00

Để tính r và R , một thử nghiệm đã xác định theo giá trị trung bình thu được khi hút 20 điếu trên một vận hành đơn.

CHÚ THÍCH 3 Các chi tiết cụ thể khác được đưa ra trong CORESTA báo cáo 91/1, xác định độ lặp lại và độ tái lập của phép xác định chất ngưng tụ khô không chứa nicotin, nicotin và nước, sử dụng phương pháp CORESTA 7, 8, 21, 22, 23 và 25.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm 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 khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo thử nghiệm cũng bao gồm tất cả các thông tin cần thiết về việc nhận biết hoàn toàn mẫu thử.

Nếu cần, sẽ nêu thông tin đưa ra từ 11.1 đến 11.4.

11.1 Các số liệu đặc trưng và nhận biết thuốc lá điếu

- tên của nhà sản xuất, nước sản xuất;
- tên sản phẩm;
- ngày lấy mẫu;
- địa điểm bán hoặc lấy mẫu;
- loại điểm lấy mẫu;
- điểm lấy mẫu (thí dụ, địa chỉ của đại lý bán hoặc số máy bán thuốc lá);
- số lượng bao (của sản phẩm đã lấy mẫu trong ngày);
- dấu hiệu trên tem thuế;
- hàm lượng thành phần khói (nếu có);
- chiều dài điếu thuốc;
- chiều dài đầu lọc;
- chiều dài phần giấy sếp.

11.2 Lấy mẫu

- cách tiến hành lấy mẫu;
- số lượng điếu có trong mẫu thử nghiệm;
- ngày và địa điểm lấy mẫu.

11.3 Mô tả thử nghiệm

- tài liệu tham khảo của tiêu chuẩn này;
- ngày thử nghiệm;
- chủng loại máy hút được dùng;
- chủng loại máy phân tích được dùng;
- tổng số điếu được hút để xác định tổng thể trên loại thuốc lá đó;
- số lượng điếu được hút trên mỗi thiết bị thu nhận;
- chiều dài đầu mẫu thuốc;

TCVN 6678:2000

- nhiệt độ phòng trong quá trình hút và phân tích (độ C);
- độ ẩm tương đối trong quá trình hút (tính bằng phần trăm);
- áp suất khí quyển trong quá trình hút (tính bằng kilopascal).

11.4 Kết quả thử nghiệm

Việc biểu thị các số liệu thử nghiệm phụ thuộc vào các số liệu yêu cầu, và mức độ chính xác của phòng thử nghiệm. Cần phải tính các giới hạn tin cậy và biểu thị trên cơ sở các số liệu thử nghiệm trước khi làm tròn số.

- chiều dài trung bình của điếu thuốc, chính xác đến 0,1 mm;
- chiều dài trung bình của đầu lọc, chính xác đến 0,1 mm;
- chiều dài trung bình của phần giấy sếp, chính xác đến 0,1 mm;
- chiều dài đầu mẫu thuốc tính trung bình trên các điếu đã hút, chính xác đến 0,1 mm;
- chiều dài trung bình của phần thuốc đã hút, chính xác đến 0,1 mm;
- đường kính trung bình của các điếu thuốc (tính bằng milimet);
- trở lực trung bình của các điếu thuốc đã bảo ôn;
- khối lượng trung bình của các điếu thuốc đã bảo ôn được chọn để hút (miligam trên điếu);
- độ ẩm của các điếu thuốc đã bảo ôn, tính bằng phần trăm khối lượng;
- số lượng hơi hút trung bình trên điếu thuốc đối với từng kênh, chính xác đến 0,1 hơi hút;
- số lượng hơi hút trung bình của tổng số đối với từng kênh/thiết bị thu nhận, kể cả năm lần hút làm sạch, chính xác đến 0,1 hơi hút;
- nồng độ cacbon mono oxit quan sát được đối với từng kênh chính xác đến 0,01 % và giá trị trung bình trên điếu, chính xác đến 0,1 %, tính bằng phần trăm thể tích;
- nồng độ trung bình của cacbon mono oxit trong khói thuốc đối với từng kênh hút, chính xác đến 0,01 % và giá trị trung bình trên điếu chính xác đến 0,1 %, tính bằng phần trăm thể tích;
- lượng cacbon mono oxit xác định được đối với từng kênh hút chính xác đến 0,1 mg hoặc 0,1 ml và giá trị trung bình trên điếu chính xác đến 1 mg hoặc 1 ml, tính bằng miligam trên điếu hoặc mililit trên điếu.