



روش رسمی تب‌لب‌نت

سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار (راک) ۱-۱۰



روش رسمی تب‌لبنت
سازمان جهانی بهداشت
روش انجام کار (راک) ۱۰-۱

عنوان و نام پدیدآور: روش رسمی تب‌ل‌نت، سازمان بهداشتی روش انجام کار (راک) ۱-۱۰ / سازمان جهانی بهداشت؛ ترجمه سیدمهرداد محمدی... [و دیگران].

مشخصات نشر: تهران: موسسه بین‌المللی سلامت حکیم جرجانی، ۱۴۰۴.

مشخصات ظاهری: ۲۷۸ ص: جدول، نمودار.

شابک: ۹۷۸-۶۲۲-۸۷۶۸۸-۴-۷

وضعیت فهرست نویسی: فیپا

یادداشت: مترجمین سیدمهرداد محمدی، سیدسینا محمدی، مژگان فرشادی، خاطره خانجانی، سیدعلی محمدی، رقیه قربانی صیقلسرای.

یادداشت: عنوان اصلی: Standard Operating Procedure for Intense Smoking OF Cigarettes.Tobacco Free Initiative Tobacco Laboratory Network (TobLab Net).

یادداشت: کتابنامه.

موضوع: سازمان بهداشت جهانی. شبکه آزمایشگاهی دخانیات

موضوع: WHO Tobacco Laboratory Network

موضوع: دخانیات -- آزمایش‌ها -- استانداردها

Tobacco -- testing -- Standards

دخانیات -- دستنامه‌های آزمایشگاهی

Tobacco -- Laboratory manuals

دخانیات -- استانداردها

Tobacco -- Standards

شناسه افزوده: محمدی، سیدمهرداد، ۱۳۵۰-، مترجم

شناسه افزوده: سازمان بهداشت جهانی

شناسه افزوده: World Health Organization

رده بندی کنگره: GT۳۰۲۰

[QK۴۹۵]

رده بندی دیویی: ۳۹۴/۱۴

شماره کتابشناسی ملی: ۱۰۱۶۱۵۳۶

اطلاعات رکورد کتابشناسی: فیپا

عنوان کتاب: روش رسمی تب‌ل‌نت، سازمان بهداشتی روش انجام کار (راک) ۱-۱۰

مترجمان: سیدمهرداد محمدی، سیدسینا محمدی، مژگان فرشادی، خاطره خانجانی، سیدعلی محمدی، رقیه قربانی صیقلسرای.

چاپ: اول

قیمت: رایگان

شمارگان: ۲۰۰ نسخه

شابک: ۹۷۸-۶۲۲-۸۷۶۸۸-۴-۷

مشاور نشر: نسیم قریبانی

صفحه‌آرایی و حروف‌چینی: مژگان فرشادی

چاپخانه: چاپ دیجیتال آران

ناشر: موسسه بین‌المللی سلامت حکیم جرجانی

نشانی: تهران، محله جهاد، میدان گلها، ابتدای کاج شمالی، پلاک ۱۱۳، واحد ۴

دلیل درج لوگوی سازمان بهداشت جهانی بر پشت جلد آن است که این کتاب ترجمه فارسی گزارشی رسمی از این سازمان به زبان انگلیسی است. درج این لوگو صرفاً به منظور شناسایی منبع اصلی انجام شده و به معنای تایید رسمی ترجمه فارسی توسط سازمان بهداشت جهانی نیست.

این تالیف و انتشار با حمایت سازمان بهداشت جهانی و موسسه ملی تحقیقات سلامت ایران انجام شده است.

فهرست عناوین

۴	شماره: راک ۱ ۰
۱۵	شماره: راک ۲ ۰
۷۲	شماره: راک ۳ ۰
۹۹	شماره: راک ۴ ۰
۱۱۸	شماره: راک ۵ ۰
۱۴۲	شماره: راک ۶ ۰
۱۷۲	شماره: راک ۷ ۰
۱۹۰	شماره: راک ۸ ۰
۲۲۳	شماره: راک ۹ ۰
۲۵۷	شماره: راک ۱۰ ۰

شماره: راک ۱

تاریخ: آپریل ۲۰۱۲



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای دود کردن شدید

روش:	روش انجام کار برای دود کردن شدید
آنالیت‌ها:	غیرقابل اجرا
ماتریس:	سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	آپریل ۲۰۱۲

شماره: راک ۰۱

تاریخ: آپریل ۲۰۱۲

هیچ رژیم دستگاه دود کننده نمی تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دود کننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه گیری های ماشینی به سیگاری ها می تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه گیری های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت ها در اندازه گیری های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

اطلاعات فهرست نویسی در انتشارات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای دود کردن شدید راک ۰۱

۱. سیگار کشیدن ۲. تجزیه و تحلیل - دود ۳. تجزیه و تحلیل آلودگی - دود تنباکو ۴. ایمنی مصرف کننده محصول ۵. تست های سمیت - استانداردها. سازمان جهانی بهداشت شبکه آزمایشگاهی دخانیات

(طبقه بندی NLM : 754 WA) 1 150389 2 4 978 ISBN

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۲

تمامی حقوق محفوظ است. انتشارات سازمان جهانی بهداشت در این سایت در دسترس است وبسایت سازمان جهانی بهداشت www.who.int یا می توانید از WHO Press, سازمان جهانی بهداشت خیابان آپیا ۲۰، ۱۲۱۱ ژنو ۲۷، سوئیس (تلفن: ۷۹۱ ۳۲۶۴) (۲۲) +۴۱; فکس: ۷۹۱ ۴۸۵۷ (۲۲) +۴۱; ایمیل: bookorders@who.int خریداری کنید.

درخواست مجوز برای تکثیر یا ترجمه نشریات سازمان جهانی بهداشت - چه برای فروش یا برای توزیع غیرتجاری - باید به آدرس WHO Press از طریق وب سایت سازمان جهانی بهداشت به آدرس زیر ارسال شود:

http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html

نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت حقوقی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مقامات آن، یا در مورد تحدید حدود نیست. خطوط نقطه دار روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهند که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد.

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه شده اند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

تمام اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت در هیچ موردی مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس.

شماره: راک ۱۰

تاریخ: آپریل ۲۰۱۲

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلواچاو) به عنوان یک روش انجام کار (راک) استاندارد برای دود کردن شدید سیگار تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای آزمایش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های فراگیر برای اندازه گیری محتویات خاص و مواد منتشره از سیگار، مورد نیاز است.

کنفرانس اعضای کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP1(14) خود در مورد شرح و بسط دستورالعمل اجرای مواد ۹ (مقررات مربوط به محتویات محصولات دخانی) و ۱۰ (مقررات افشای محصولات دخانی) اف سی تی سی سازمان جهانی بهداشت با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس طرفین در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکوی سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تجزیه برای آزمایش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار (FCTC/COP/3/REC/1) را تأیید کند.

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، محتویات زیر را برای روش های آزمایش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) شناسایی کرد که باید به عنوان اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
 - آمونیاک
 - مواد جاذب رطوبت (پروپان-۲،۱ دی ال، گلیسرول (پروپان ۳،۲،۱ تری ال) و تری اتیلن گلاکلیک (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس) (اتانول))
- اندازه گیری این محتویات به سه مرحله معتبرسازی نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت.

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در نشست اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه، مواد منتشره زیر را در جریان اصلی دود سیگار شناسایی کرد که باید روش‌های آزمایش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) آنها به عنوان اولویت اعتبارسنجی شوند.

▪ ۴- (متیل نیتروزامین)-۱-(۳-پیریدیل)-۱-بوتانون (انان‌کی)

▪ نرمال نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

▪ استالدهید

▪ اکریل آلدهید (آکرولئین)

▪ بنزنواپیرین

▪ ۳،۱-بوتادین

▪ کربن منواکسید

▪ فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات که در زیر شرح داده شده به اعتبارسنجی پنج روش نیاز دارد: یکی برای نیتروزآمین‌های مخصوص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزنواپیرین، دیگری برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن و ۳،۱-بوتادین)، و یکی برای مونواکسید کربن. جدول زیر دو رژیم دود کردن دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

دریچه‌های تهویه فیلتر	بسامد دود	حجم پک (ml)	رژیم دود کردن
			رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دودکننده - تعاریف و شرایط استاندارد
بدون تغییر	هر ۶۰ ثانیه یکبار	۳۵	رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است
تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪	همان‌طور که در ۱۲.۲ توضیح داده شده مسدود شوند.	۵۵	هر ۳۰ ثانیه یکبار

این راک برای توصیف روش کشیدن شدید سیگار تهیه شد.

۱. محدوده

این راک روش‌های کلی برای کشیدن سیگار توسط دستگاه استعمال در شرایط شدید را شرح می‌دهد.

توجه: آموزش استفاده از دستگاه دود کننده و سایر تجهیزات تحلیلی برای عملکرد موفقیت آمیز مهم است. افرادی که در کار با ماشین‌های دود کننده با استفاده از روش‌های تحلیلی برای اندازه‌گیری مواد منتشره و محتویات محصولات دخانی تجربه ندارند، باید آموزش ببینند.

۲. منابع

- ۲،۱. ایزو ۳۳۰۸ دستگاه آزمایشگاهی معمول دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد.
- ۲،۲. ایزو ۴۳۸۷: سیگار - تعیین کل ذرات معلق خشک کل و بدون نیکوتین با استفاده از یک دستگاه دود کننده آزمایشگاهی معمولی.
- ۲،۳. ایزو ۳۴۰۲: تنباکو و فرآورده‌های تنباکو - جوی برای آماده‌سازی و آزمایش.

۳. اصطلاحات و تعاریف

- ۳،۱. TPM: کل ذرات معلق.
- ۳،۲. رژیم ایزو: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵ میلی‌لیتری، فاصله پک ۶۰ ثانیه، مدت پک ۲ ثانیه و عدم مسدود شدن منافذ تهویه فیلتر است.
- ۳،۳. رژیم شدید - پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵ میلی‌لیتری، فاصله پک ۳۰ ثانیه، مدت زمان پک ۲ ثانیه و مسدود کردن ۱۰۰ درصد منافذ تهویه فیلتر است.
- ۳،۴. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده‌اند و برای استفاده در دود کردن، مکیدن، جویدن یا دم کشیدن تولید می‌شوند (ماده ۱ اف‌سی‌تی‌سی سازمان بهداشت جهانی (اف))
- نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است
- ۳،۵. که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.
- ۳،۶. نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش که به صورت تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.
- ۳،۷. بخش مورد سنجش: نمونه تصادفی از نمونه آزمایشی که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشی باشد.

۴. خلاصه روش اجرایی

- ۴،۱. همه نمونه‌ها براساس رویه‌های استاندارد ایزو شرطی و علامت گذاری می‌شوند.
- ۴،۲. منافذ تهویه ۱۰۰ درصد مسدود است.
- ۴،۳. سیگارها طبق رویه‌های استاندارد ایزو به استثنای حجم پک و دفعات پک دود می‌شوند.

۵. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

- ۵،۱. مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر، از احتیاطات ایمنی و محیطی معمول پیروی کنید.
- ۵،۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند قصد ندارد به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند که قبل از استفاده از این روش با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را در ارتباط با هر گونه الزامات قانونی قابل اجرای موجود، قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.
- ۵،۳. برای جلوگیری از استنشاق یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع آوری شده از یک هود شیمیایی و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۶. تجهیزات آزمایشگاهی

تجهیزات آزمایشگاهی مرسوم، به‌ویژه:

- ۶،۱. تجهیزات مورد نیاز برای حالت دادن به سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۴۰۲ [۲،۳] مشخص شده است.
- ۶،۲. تجهیزات مورد نیاز برای علامت گذاری طول ته سیگار همان‌طور که در ایزو ۴۶۸۷ مشخص شده است.
- ۶،۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشاندن منافذ تهویه فیلتر برای رژیم شدید همان‌طور که در بخش ۱۲،۲ مشخص شده است.
- ۶،۴. تجهیزات مورد نیاز برای استعمال محصولات دخانی همان‌طور که در ایزو ۳۳۰۸ مشخص شده است.
- ۶،۵. نوار سلفون، ۲۰ میلی‌متر (سه‌چهارم اینچ) عرض، مانند نوار اسکاج، (ام ۳)، میل وود، مینه سوتا، ایالات متحده آمریکا)
- ۶،۶. جاسیگاری‌ها برای مسدود کردن ۱۰۰ درصد منافذ تهویه هستند.

۷. معرف‌ها و لوازم

همه معرف‌ها باید حداقل دارای درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت (CAS^۱) شناسایی می‌شوند.

۸. آماده‌سازی ظروف شیشه‌ای

ظروف شیشه‌ای را به گونه‌ای تمیز و خشک کنید تا تا از آلودگی ناشی از مواد باقی مانده اطمینان حاصل شود.

۹. آماده‌سازی محلول‌ها

نیاز ندارد.

۱۰. آماده‌سازی استانداردها

نیاز ندارد.

۱۱. نمونه‌گیری

۱۱،۱،۱. نمونه‌گیری باید همان‌طور که در راک روش خاص توضیح داده شده است انجام شود.

۱۲. آماده‌سازی سیگار

۱۲،۱. سیگارها را بر اساس استاندارد ایزو ۴۳۸۷ در طول ته سیگار علامت‌گذاری کنید.

۱۲،۲. تمامی منافذ تهویه را به صورتی که در زیر مشخص شده‌اند، مسدود کنید.

۱۲،۲،۱. برای رژیم شدید، منافذ تهویه فیلتر را به طور کامل با چسباندن نوار سلفون ۲۰ میلی‌متری (سه چهارم اینچ) [۶.۵] در اطراف کل محیط سیگار مسدود کنید.

۱۲،۲،۲. طول نوار سلفون را ۵۰ تا ۵۵ میلی‌متر اندازه بگیرید.

۱۲،۲،۳. انتهای برش نوار را موازی با محور بلند سیگار وصل کنید و کنار نوار را در فاصله ۱ میلی‌متری انتهای دهانه فیلتر قرار دهید (شکل ۱ را ببینید).

۱۲،۲،۴. نوار را با احتیاط دور فیلتر پیچید تا از اتصال کامل به کاغذ بدون چروک یا منافذ هوا مطمئن شوید. اگر چین و چروک یا سوراخ هوا ظاهر شد، از نمونه چشم‌پوشی کنید و آن را در آنالیز وارد نکنید.

1. Chemical Abstract Service

۱۲,۲,۵. نوار باید دو بار دور سیگار با یک هم پوشانی کوچک کمتر از ۵ میلی متر دور سیگار بچرخد (شکل ۲ را ببینید).

۱۳. آماده سازی دستگاه دودکننده سیگار

۱۳,۱. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دود کردن در ایزو ۳۳۰۸ مشخص شده است.



۱۳,۲. مشخصات فنی دستگاه

از مشخصات دستگاه ایزو ۳۳۰۸ پیروی کنید، به جز موارد زیر:

۱۳,۲,۱. برای رژیم شدید، دستگاه دودکننده سیگار را طوری تنظیم کنید که حجم پک 0.1 ± 0.55 میلی لیتر بکشد.

۱۳,۲,۲. برای رژیم شدید، دستگاه دودکننده سیگار را طوری تنظیم کنید که با فرکانس ۳۰ ثانیه پک بزند.

۱۳,۲,۳. در هر بار اجرا، دستگاه دودکننده سیگار را طوری برنامه ریزی کنید که وقتی سیگار به نقطه ای رسید که قبلاً [۱۲.۱] سوخته شده است، پایان یابد.

۱۴. تولید نمونه

مقدار کافی از محصول را روی دستگاه دودکننده مشخص شده دود کنید تا جایی که نشت (بریک ثرو) حاصل نشود.

۱۴,۱. نمونه های آزمایش را همان طور که در ایزو ۴۳۸۷ مشخص شده است دود کنید و نمونه مورد نظر را همان طور که در راک خاص توضیح داده شده است، جمع آوری کنید.

۱۴,۲. حداقل یک نمونه سنجش را مرجع برای کنترل کیفیت قرار دهید.

۱۴,۳. هنگام سنجش انواع نمونه برای اولین بار، نشت را ارزیابی کنید. ممکن است تعداد سیگارها برای جلوگیری از

نشت لازم باشد تنظیم شود. در طول تعیین قطران، نیکوتین و مونوکسید کربن، نشت دود سیگار در سطوح کل ذرات معلق بیش از ۶۰۰ میلی گرم برای یک پد فیلتر ۹۲ میلی متری یا ۱۵۰ میلی گرم برای یک پد فیلتر ۴۴ میلی متری

رخ می‌دهد. اگر نشت رخ داد، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد باید کاهش یابد. با این حال، بسته به آنالیت مورد نظر، نشت پد فیلتر یا سایر دستگاه‌های جمع‌آوری ممکن است متفاوت باشد.

۱۵. آماده‌سازی نمونه

نیاز ندارد.

۱۶. تجزیه و تحلیل نمونه

نیاز ندارد.

۱۷. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

نیاز ندارد.

۱۸. اقدامات احتیاطی خاص

نیاز ندارد.

۱۹. گزارش داده‌ها

داده‌ها مطابق با راک مربوطه گزارش می‌شوند.

۲۰. کنترل کیفیت

کنترل کیفیت مطابق با راک مربوطه صورت می‌گیرد.

۲۱. مشخصات عملکرد روش

نیاز ندارد.

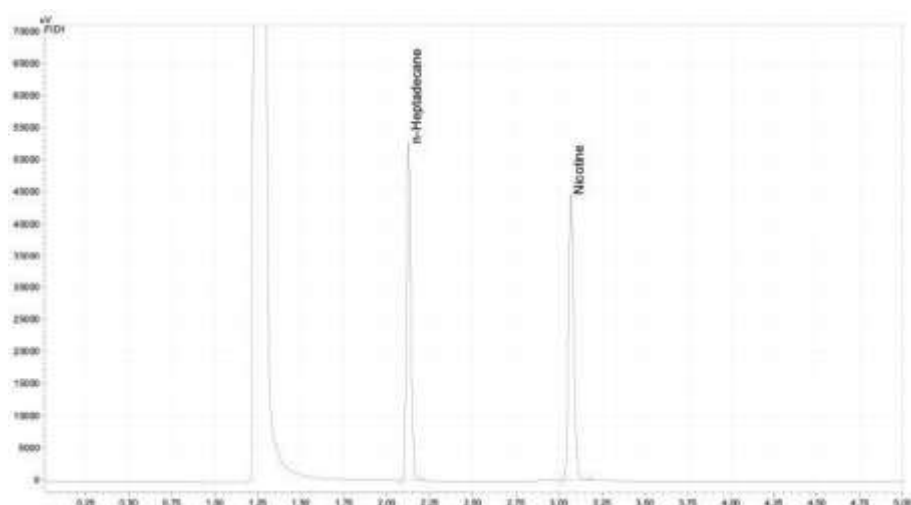
۲۲. تکثیرپذیری و تکرارپذیری

نیاز ندارد.

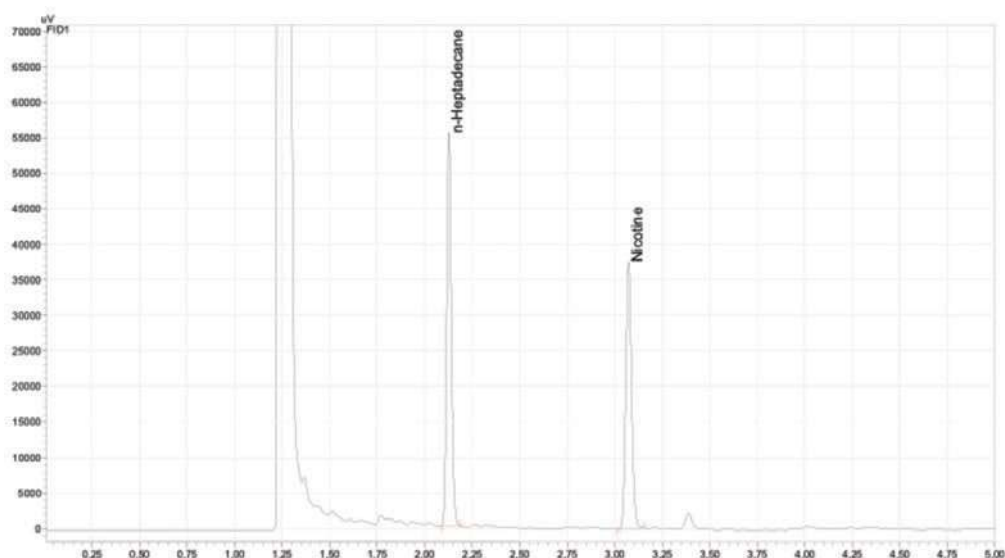
۲۳. بیلوگرافی

ایزو ۱۰۱۸۵: تنباکو و فرآورده‌های تنباکو - واژه‌نامه

پیوست ۱. کروماتوگرام‌های معمول به دست آمده در آنالیز نیکوتین با روش کروماتوگرافی گازی



نمودار ۱ نمونه‌ای از یک کروماتوگرام محلول استاندارد نیکوتین



نمودار ۲. نمونه‌ای از کروماتوگرام محلول نمونه نیکوتین

شماره: راک ۰۲

تاریخ: نوامبر ۲۰۱۶



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو

روش:	روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره از تنباکو
آنالیت‌ها:	قابل اجرا نیست
ماتریس:	جریان اصلی دود تنباکو سیگار و پرکننده توتون سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	نوامبر ۲۰۱۶

روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو، روش رسمی تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۲

978 92 4 151206 0 ISBN

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۷

برخی از حقوق محفوظ است. این اثر تحت مجوز «خلاقیتهای مشاع با شروط ذکر منبع، غیرتجاری و قابل اشتراک گذاری اثرهای جدید ناشی از آن» در دسترس است. «مجوز»:

«(CC BY-NC-SA 3.0 IGO; <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/3.0/igo>)»

طبق شرایط این مجوز، می توانید اثر را برای مقاصد غیرتجاری کپی، مجدداً توزیع و تطبیق دهید، مشروط بر اینکه اثر به طور مناسب، همان طور که در زیر نشان داده شده است، ذکر شده باشد. در هر گونه استفاده از این کار، نباید پیشنهادی مبنی بر اینکه سازمان جهانی بهداشت، محصولات یا خدمات خاصی را تأیید می کند وجود داشته باشد. استفاده از لوگوی سازمان جهانی بهداشت مجاز نیست. اگر کار را الگوبرداری کردید، پس باید کار خود را تحت همان مجوز «خلاقیتهای مشاع» یا معادل آن ارائه دهید. اگر ترجمه ای از این اثر ایجاد می کنید، باید سلب مسئولیت زیر را به همراه نقل قول پیشنهادی اضافه کنید: «این ترجمه توسط سازمان جهانی بهداشت ایجاد نشده است. سازمان جهانی بهداشت مسئولیتی در قبال محتوا یا صحت این ترجمه ندارد. نسخه اصلی انگلیسی باید نسخه لازم الاجرا (تألیف شده) و معتبر باشد.

هر گونه مداخله مربوط به اختلافات ناشی از مجوز باید مطابق با قوانین مداخله سازمان جهانی مالکیت فکری انجام شود

نقل قول پیشنهادی. روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو، روش رسمی تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۲. ژنو: سازمان جهانی بهداشت؛ ۲۰۱۷. مجوز: CC BY-NC-SA 3.0 IGO

داده های انتشارات در فهرست نویسی. (سی آی پی) در دسترس است. <http://apps.who.int/iris>

فروش، حقوق و صدور مجوز. برای خرید انتشارات سازمان جهانی بهداشت، به <http://apps.who.int/bookorders> مراجعه کنید.

برای ارسال درخواست ها برای استفاده تجاری و سؤالات مربوط به حقوق و مجوز، به <http://www.who.int/about> مراجعه کنید

اطلاعات شخص ثالث. اگر می خواهید از مطالب این اثر که به شخص ثالث نسبت داده می شود، مانند جداول، شکل ها یا تصاویر، مجدداً استفاده کنید، این مسئولیت شماست که تعیین کنید آیا برای آن استفاده مجدد به مجوز نیاز است یا خیر و

از دارنده حق نسخه برداری اجازه بگیرید. خطر ادعاهای ناشی از نقض هر جزء متعلق به شخص ثالث در کار صرفاً بر عهده کاربر است

سلب مسئولیت عمومی. نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت قانونی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مراجع آن، یا در مورد تحدید حدود آن نیست. حد و حدود یا مرزها خطوط نقطه چین و پراکنده بودن بر روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهد که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه می شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود

همه اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت به هیچ وجه مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس.

شماره: راک ۰۲

تاریخ: نوامبر ۲۰۱۶

هیچ رژیم دستگاه دود کننده نمی تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دود کننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه گیری های ماشینی به سیگاری ها می تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه گیری های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت ها در اندازه گیری های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۰۲

تاریخ: نوامبر ۲۰۱۶

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلواچاو) به عنوان یک روش انجام کار (راک) برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی جریان اصلی دود تنباکو سیگار و محتوای پرکننده تنباکوی سیگار تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماعی برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضای کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار (FCTC/COP/3/REC/1) را تأیید کند.

با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، گروه کاری مواد ۹ و ۱۰ محتویات زیر را مشخص کرد که برای آن ها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید به عنوان اولویت تأیید شوند:

• نیکوتین

• آمونیاک

• مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی با استفاده سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین‌شده در نشست اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه، انتشارات زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- ۴- (متیل نیتروزامینو)-۱- (۳-پیریدیل)-۱- بوتانون (انان‌کی)
- نرمال - نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)
- استالدهید
- آکریل آلدهید (آکرولین)
- بنزن
- بنزو [a] پیرن
- ۱،۳- بوتادین
- مونوکسید کربن
- فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳- بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های تست ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (mL)	بسامد پک	دریچه‌های فیلتر هوا
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ دستگاه دودکننده تحلیلی معمول - ۳۵ تعاریف و شرایط استاندارد		یک بار در هر ۶۰ ثانیه	بدون تغییر
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است	۵۵	یک بار در هر ۳۰ ثانیه	همان‌طور که در راک ۰۱ تبل‌نت سازمان جهانی بهداشت توضیح داده شده است، تمام سوراخ‌های تهویه باید ۱۰۰ درصد مسدود شوند.

این روش راک برای توصیف دستورالعمل تعیین نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان دود اصلی سیگار در شرایط دود کردن شدید تهیه شد.

۲۴. محدوده

۲۴، ۱. این سند رویه‌های استاندارد اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی مورد استفاده برای تجزیه و تحلیل محتوای جریان دود اصلی سیگار و محتویات پرکننده تنباکو را شرح می‌دهد.

۲۵. منابع

ایزو ۵۷۲۵-۲: دقت (درستی و دقت) یا روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت ۲: روش اساسی برای تعیین دقت نتایج و تکرار پذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد.

۲۶. اصطلاحات و تعاریف

۲۶، ۱. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به‌عنوان ماده خام ساخته شده‌اند و برای استفاده در دود کردن، مکیدن، جویدن یا دم کردن استفاده می‌شوند (ماده ۱ افس‌تی‌سی دابل‌یو‌اچ‌او (اف)).

۲۶، ۲. TSNA پرکننده تنباکوی سیگار: قسمتی از سیگار حاوی تنباکو، از جمله تنباکوی بازسازی شده، ساقه، تنباکوی منبسط شده و مواد افزودنی

۲۶، ۳. رژیم ایزو: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵ میلی‌لیتر، فاصله پک ۶۰ ثانیه، مدت زمان پک ۲ ثانیه و مسدود نشدن دریچه‌های تهویه فیلتر است.

۲۶، ۴. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای آزمایش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۲۶، ۵. نمونه آزمایش: محصول مورد آزمایش، به طور تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.

۲۶، ۶. بخش آزمایش: بخش تصادفی از نمونه آزمایشی که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشی باشد.

۲۶، ۷. دقت نتایج: تمام اندازه‌گیری‌های انجام شده بر روی هر نمونه آزمایشی جداگانه باید تحت شرایط تکرارپذیری [دقت نتایج]، یعنی در یک بازه زمانی کوتاه، با استفاده از همان ابزار و توسط همان کارور دستگاه انجام شود. در صورت نیاز، اندازه‌گیری نمونه‌های آزمایشی مختلف ممکن است در روزهای مختلف انجام شود.

۲۶،۸. تکرارپذیری: همه اندازه‌گیری‌ها تحت شرایط تکرارپذیری انجام می‌شوند، یعنی اجازه می‌دهند بین روزها، کاربران دستگاه، آزمایشگاه‌ها، ابزارها، معرف‌ها و شرایط محیطی تفاوت وجود داشته باشد. اندازه‌گیری‌ها بر روی مواد یکسان یا مشابه با استفاده از روش یکسان انجام می‌شود.

۲۷. خلاصه روش اجرایی

۲۷،۱. برای تأیید هریک از روش‌های تحلیلی، یک آزمایشگاه پیشرو توسط تابلنت سازمان جهانی بهداشت منصوب خواهد شد.

۲۷،۲. یک روش عملیاتی استاندارد و دستورالعمل مطالعه اعتبارسنجی برای هر روش تحلیلی نوشته شده است تا پس از اعتبارسنجی روش‌ها به همه آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده ارسال شود.

۲۷،۳. به منظور اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی، هر زمان که امکان دارد محصولات انتخاب می‌شوند تا طیفی از ویژگی‌های طراحی را که در سرتاسر جهان یافت می‌شود پوشش دهند، در حالی که از انواع خاصی از محصول استفاده می‌شود که تعیین شده از بسته‌ای به بسته دیگر سازگار باشد. به طور کلی، محصولات که باید مورد تجزیه و تحلیل قرار گیرند شامل سه سیگار مرجع و دو گونه برند تجاری موجود است. انواع برند تجاری خاص با آزمایش(های) خاصی که باید انجام شود تغییر می‌کند.

۲۷،۴. آزمایش روش‌های تحلیلی برای اهداف اعتبارسنجی شامل یک ارزیابی اولیه از یک نوع سیگار به تنهایی و به دنبال آن یک ارزیابی کامل از چهار نوع دیگر است. پس از تأیید نتایج ارزیابی اولیه، سایر نمونه‌ها برای تجزیه و تحلیل ارسال می‌شوند. آزمایشگاه پیشرو این اختیار را دارد که ارزیابی اولیه را لحاظ کند یا نه.

۲۷،۵. تجزیه و تحلیل داده‌ها و کنترل کیفیت طبق رویه عملیاتی استاندارد می‌شود که باید اعتبارسنجی شود، یا دستورالعمل مطالعه اعتبارسنجی، با در نظر گرفتن رویه‌هایی که در هر آزمایشگاه تعریف شده است، انجام می‌شود.

۲۷،۶. نتایج نمونه سیگاری که به تنهایی آزمایش شد به ابتکار عاری از تنباکوی سازمان جهانی بهداشت گزارش می‌شود. پس از تخصیص یک کد به هر آزمایشگاه و حذف تمامی اطلاعاتی که می‌تواند منجر به شناسایی یک آزمایشگاه شود، نتایج به حداقل دو نهاد ارسال می‌شود. این نهادها داده‌ها را برای نقاط پرت ارزیابی می‌کنند و دقت نتایج و تکرارپذیری را مستقل از یکدیگر، طبق رویه‌های ایزو محاسبه می‌کنند. پس از تکمیل ارزیابی داده‌ها، نتایج حاصل از موجودیت‌ها با هم مقایسه می‌شود.

۲۷،۷. گزارشی از مطالعه اعتبارسنجی نوشته خواهد شد و نتایج در رویه عملیاتی استاندارد تحلیلی گنجانده خواهد شد.

۲۸. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۲۸،۱. مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی، اقدامات احتیاطی معمول ایمنی و زیست محیطی را با در نظر گرفتن اقدامات احتیاطی خاص همان‌طور که در راک تحلیلی که باید تأیید شود، رعایت کنید.

۲۸،۲. آزمایش و ارزیابی برخی محصولات با روش آزمایشی که باید تأیید شود ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد و این سند قصد ندارد به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن بپردازد. همه افرادی که از این روش یا روش تحلیلی مورد تأیید استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند با مقامات مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست‌محیطی را در ارتباط با هرگونه الزامات قانونی قابل اجرا موجود قبل از استفاده از آن اجرا کنند.

۲۸،۳. برای جلوگیری از استنشاق یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق‌نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع‌آوری‌شده از یک هود شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۲۹. آزمایشگاه مرجع

تبلنت سازمان جهانی بهداشت، یک آزمایشگاه را از اعضای خود تعیین می‌کند تا به‌عنوان آزمایشگاه مرجع برای مطالعه هر روش تحلیلی که باید اعتبارسنجی شود، عمل کند.

آزمایشگاه مرجع:

- روش تحلیلی مناسب را ایجاد یا انتخاب کنید، راک و دستورالعمل اعتبارسنجی را بنویسید.
- مطالعه اعتبارسنجی را رهبری و پیشرفت را پیگیری کنید
- در صورت نیاز از آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده حمایت کنید
- یک گزارش مطالعه اعتبارسنجی تهیه کنید

۳۰. روش انجام کار

شرح مفصلی از تمام عملیات، از جمله معرف‌ها، منابع و هرگونه تجهیزات موردنیاز در راک مستند شده است. راک همچنین شامل هرگونه اقدامات احتیاطی ویژه موردنیاز و خلاصه‌ای از مشخصات عملکرد روش، از جمله تکرارپذیری و تکثیرپذیری است.

طرح راک براساس یک الگوی استاندارد خواهد بود - پیوست ۱ را ببینید.

آموزش استفاده از دستگاه دود کننده و سایر تجهیزات تحلیلی برای اجرای موفق راک تحلیلی مهم است. برای کسانی که در کار با ماشین‌های دود کننده یا تجزیه و تحلیل با استفاده از روش (های) تحلیلی برای اندازه‌گیری انتشار و محتویات محصولات دخانی تجربه ندارند، آموزش از طریق (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت در دسترس است.

۳۱. پروتکل مطالعه اعتبارسنجی

یک پروتکل مطالعاتی برای همه شرکت کنندگان در مطالعه اعتبارسنجی یک روش تحلیلی، ارسال می شود. پروتکل مطالعه همیشه باید شامل جزئیات موارد زیر باشد:

- جدول زمانی مطالعه اعتبارسنجی
- تعداد و نوع نمونه های مورد تجزیه و تحلیل
- تعداد تکرار در هر نمونه
- آموزش نحوه گزارش نتایج، ترجیحاً با استفاده از قالب اکسل
- برنامه دقیق برنامه های دود (در صورت وجود).

۳۲. نمونه ها

۳۲،۱. توضیحات

۳۲،۱،۱. سیگارها به صورت تصادفی از محصولات موجود نمونه گیری می شوند، مخلوط می شوند و قبل از ارسال برای تجزیه و تحلیل، مجدداً بسته بندی می شوند.

۳۲،۱،۲. فقط برای اعتبارسنجی روش، محصولات از نظر ناهنجاری های فیزیکی بررسی می شوند. تمامی محصولاتی که دارای ناهنجاری های فیزیکی بصری هستند از ارسال به شرکت کنندگان حذف می شوند.

۳۲،۲. ارسال و دریافت

۳۲،۲،۱. تبلنت سیگارهای هر نوع سیگار را به هر آزمایشگاه شرکت کننده ارسال خواهد کرد. نمونه های کافی برای برآورده کردن الزامات اندازه گیری به علاوه نمونه های اضافی ارسال می شود.

۳۲،۲،۲. نمونه های اضافی، فراتر از نمونه های مورد نیاز برای آزمایش، برای ارائه موارد اضافی در صورت بروز مشکلات در طول آزمایش در نظر گرفته شده است.

۳۲،۲،۳. تبلنت به همه آزمایشگاه های شرکت کننده اطلاع می دهد که نمونه ها ارسال شده اند.

۳۲،۲،۴. پس از دریافت، هر آزمایشگاه از طریق پست الکترونیکی تبلنت را از دریافت نمونه ها و هرگونه مشکل یا آسیب به مواد مطلع می کند.

۳۲،۲،۵. اگر در حین حمل و نقل با مشکل مواجه شد، تب‌ل‌نت نمونه‌های جایگزین را در اسرع وقت پس از اطلاع‌رسانی ارسال می‌کند.

۳۲،۲،۶. پس از دریافت نمونه‌ها، هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل را تکمیل کرده و داده‌ها را در محدوده زمانی مشخص شده در پروتکل مطالعه گزارش می‌کند.

۳۲،۲،۷. سیگارها باید به دقت مورد استفاده قرار گیرند تا از ایجاد آسیب جلوگیری شود.

۳۲،۲،۸. سیگارهایی که واضحاً خم شده، پاره شده، له شده یا مقدر قابل توجهی تنباکو از بین رفته‌اند، باید دور ریخته شوند.

۳۲،۳. انبار

نمونه‌ها را می‌توان تا سه ماه در دمای اتاق نگهداری کرد. پس از این مدت، نمونه‌ها باید در بسته‌بندی اصلی یا در ظروف دربسته در فریزر در دمای منفی ۲۰ درجه سانتی‌گراد یا کمتر نگهداری شوند.

۳۳. گزارش داده

۳۳،۱. نتایج را همان‌طور که در راک یا پروتکل مطالعه برای پیشگیری از بیماری‌های غیرواگیر سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است، گزارش دهید. برای ثبات و ارزیابی آماری کارآمد نتایج، یک الگوی میکروسافت اکسل برای گزارش پیشنهاد می‌شود. اگر میکروسافت اکسل یا نرم‌افزار صفحه‌گسترده سازگار در دسترس نباشد، آزمایشگاه‌ها همچنین می‌توانند داده‌ها را به صورت الکترونیکی در قالب ASCII یا اگر این امکان وجود ندارد، با نسخه چاپی گزارش دهند. در صورت وجود، یک قالب فایل اکسل از طریق ایمیل به هر آزمایشگاه ارسال می‌شود.

۳۳،۲. برای حفظ محرمانه بودن، یک کد آزمایشگاهی برای هر آزمایشگاه صادر می‌شود و تمام اطلاعاتی که می‌تواند منجر به شناسایی آزمایشگاه شرکت‌کننده شود، توسط ابتکار WHO's Free Tobacco (TFI) حذف خواهد شد. هنگام گزارش نتایج، کد آزمایشگاهی اختصاص داده شده باید همراه با هر رکورد داده باشد.

۳۳،۳. نتایج زیر حد گزارش‌دهی (LOR) باید به صورت $LOR >$ گزارش شوند. وقتی نتایج زیر LOR هستند، فیلدهای داده را خالی نگذارید.

۳۳،۴. هر رکورد داده حاوی اطلاعات مورد نیاز در پروتکل مطالعه، با حداقل موارد زیر است

- ۳۳,۴,۱. نظرات
- ۳۳,۴,۲. کد آزمایشگاه
- ۳۳,۴,۳. شناسه نمونه
- ۳۳,۴,۴. نتیجه آنالیت ۱
- ۳۳,۴,۵. نتیجه آنالیت ۲
- ۳۳,۴,۶. آنالیت n نتیجه
- ۳۳,۴,۷. روش تحلیلی خاص

۳۴. تجزیه و تحلیل داده

نتایج کدگذاری شده توسط تی اف آی سازمان جهانی بهداشت برای ارزیابی آماری حداقل به دو نهاد ارسال می شود. نهادها به طور مستقل داده ها را طبق رویه های ایزو ارزیابی خواهند کرد.

۳۴,۱. تجزیه و تحلیل داده ها از رویه هایی پیروی می کند که در ایزو ۵۷۲۵-۲ [۲.۱] توضیح داده شده است.

۳۴,۲. شناسایی نقاط پرت طبق استاندارد ایزو ۵۷۲۵-۲ انجام خواهد شد. نتایج شناسایی شده به عنوان نقاط پرت در تعیین آماری نهایی تکرارپذیری و تکثیرپذیری روش گنجانده نخواهد شد.

۳۴,۳. اگر ناهماهنگی در داده ها وجود داشته باشد، یا اگر داده ها به عنوان اطلاعات پرت شناسایی شده باشند، از آزمایشگاه گزارش دهنده این داده ها خواسته می شود تا برای حفظ محرمانه بودن، از طریق تی اف آی سازمان جهانی بهداشت، بی نظمی را بررسی کند.

۳۴,۴. تکرارپذیری و تکثیرپذیری به طور مستقل توسط واحدها براساس رویه های ایزو ۵۷۲۵-۱ [۱۳.۲] و ایزو ۵۷۲۵-۲ [۱۳.۳] برای ارائه داده های دقیق محاسبه می شود. پس از تکمیل ارزیابی داده ها، نتایج موجودیت ها با هم مقایسه می شود.

۳۴,۵. نتایج ارزیابی آماری به سازمان جهانی بهداشت و آزمایشگاه اصلی ارسال خواهد شد.

۳۵. گزارش اعتبارسنجی

یک گزارش گسترده از مطالعه اعتبارسنجی تهیه خواهد شد، از جمله:

- طرح کلی مطالعه
 - مروری بر شرکت کنندگان و تجهیزات مورد استفاده
 - شرح روش های تجزیه و تحلیل داده های مورد استفاده
 - خلاصه تجزیه و تحلیل داده ها
 - داده های غیر عادی
 - داده های از دست رفته
 - مقادیر میانگین و انحرافات استاندارد
 - داده های سازگاری (آمار h و k ماندل)
 - آزمون های پرت (آزمون کوکران و گرابز)
 - تجزیه و تحلیل داده های اکتشافی
 - تجزیه و تحلیل دقیق (تکرارپذیری / واریانس تکثیرپذیری و محدودیت های دقت)
- گزارش برای انتشار به تی اف آی سازمان جهانی بهداشت ارسال خواهد شد.

۳۶. کتاب شناسی

- ۳۶، ۱. استانداردهای ایزو- محصولات توسط تی سی (وب سایت روش های سفارش ایزو/ تی سی ۱۲۶)
- ۳۶، ۱، ۱. ایزو ۵۷۲۵-۱ دقت (درستی و صحت) روش ها و نتایج اندازه گیری - بخش ۱: اصول و تعاریف کلی.
- ۳۶، ۱، ۲. ایزو ۵۷۲۵-۲ دقت (درستی و صحت) روش ها و نتایج اندازه گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرارپذیری و تکثیرپذیری یک روش اندازه گیری استاندارد.

پیوست ۱. نمونه /الگوی روش انجام کار

شماره: راک ایکس

تاریخ: ایکس



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار

روش انجام کار برای تعیین محتوای ایکس در جریان دود اصلی سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید / پرکننده توتون سیگار

روش انجام کار برای تعیین محتوای ایکس در جریان دود اصلی سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید / پرکننده توتون سیگار	روش:
محتوا (#CAS)	آنالیت‌ها:
محتوا (#CAS)	
ذرات جریان اصلی دود توتون سیگار / پرکننده توتون سیگار	ماتریس:
ماه ایکس، سال ایکس	آخرین به‌روزرسانی:

شماره: راک ایکس

تاریخ: ایکس

هیچ رژیم دستگاه دود کننده نمی تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دود کننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه گیری های ماشینی به سیگاری ها می تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه گیری های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها در نظر گرفته نشده اند و به عنوان معیارهای قرار گرفتن در معرض انسان یا خطرات معتبر نیستند. نشان دادن تفاوت ها در اندازه گیری های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلواچاو) به عنوان روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری محتوا در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید / پرکننده توتون سیگار تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماعی برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضای کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، گروه کاری مواد ۹ و ۱۰ محتویات زیر را مشخص کرد که برای آن ها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید به عنوان اولویت تأیید شوند:

• نیکوتین

• آمونیاک

• پروپیلن گلیکول (پروپان-۱،۲-دیول)

• گلیسرول (پروپان-۱،۲،۳-تریول)

• تری اتیلن گلیکول (۲،۲-اتیلن دی اکسی بیس (اتانول)).

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مرطوب کننده ها.

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین‌شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، گروه کاری انتشارات زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تحلیلی) باید به‌عنوان اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴- (متیل نیتروزامینو)-۱-(۳-پیریدیل)-۱-بوتانون (انان‌کی)

• نرمال نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکرولین)

• بنزن

• بنزو[a]پیرن

• ۱،۳-بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این انتشارات با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم تأیید اعتبار پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های مخصوص تنباکو (انان‌کی) و (انان‌ان)، یکی برای بنزو [a]پیرن، دیگری برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳-بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن. جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های تست ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (mL)	بسامد پک	دریچه‌های فیلتر هوا
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ دستگاه دودکننده تحلیلی معمول - ۳۵ تعاریف و شرایط استاندارد		یک بار در هر ۶۰ ثانیه	بدون تغییر
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است	۵۵	یک بار در هر ۳۰ ثانیه	همان‌طور که در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت توضیح داده شده است، تمام سوراخ‌های تهویه باید ۱۰۰ درصد مسدود شوند.

این راک برای توصیف دستورالعمل تعیین محتوای ایکس در جریان دود اصلی سیگار / پرکننده توتون سیگار تهیه شده است.

۱. محدوده

۱.۱. این روش عملیاتی استاندارد برای تعیین کمی نام محتوا در جریان اصلی دود سیگار / و محتویات پرکننده تنباکوی سیگار (ام اس) مناسب است: نام تمام محتوا(های) که باید به طور جداگانه توسط روش خاص مورد استفاده تجزیه و تحلیل شوند. هنگامی که محتویات بیشتری (طبق درخواست راک) با استفاده از این روش تعیین می شود: اضافه کنید "COP اندازه گیری هایی را برای... توصیه کرده است. و... فقط.... گنجاندن اطلاعات در مورد.... و.... در این روش برای کسانی در نظر گرفته شده است که انتخاب می کنند این اندازه گیری ها را لحاظ کنند. (اگر قابل اجرا باشد).

۲. منابع

- ۲.۱. ایزو ۳۳۰۸: دستگاه تحلیلی معمول دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد
- ۲.۲. ایزو ۴۳۸۷: سیگار - تعیین ذرات خشک کل و بدون نیکوتی با استفاده از یک دستگاه دود کننده تحلیلی معمولی.
- ۲.۳. ایزو ۳۴۰۲: تنباکو و فرآورده های تنباکو - جوی برای آماده سازی و آزمایش
- ۲.۴. ایزو ۵۷۰۵-۲: دقت (درستی و دقت) یا روش ها و نتایج اندازه گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین دقت نتایج و تکرارپذیری یک روش اندازه گیری استاندارد
- ۲.۵. شبکه آزمایشگاهی تنباکو سازمان جهانی بهداشت، روش عملیاتی استاندارد برای کشیدن شدید سیگار (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک - راک ۰۱) (اگر قابل اجرا باشد).
- ۲.۶. شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت، روش عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک - راک ۰۲).

۳. اصطلاحات و تعاریف

- ۳.۱. در صورت نیاز
- ۳.۲.
- ۳.۳.
- ۳.۴.

۳,۵. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده‌اند و برای کشیدن سیگار، مکیدن، جویدن یا دمیدن تولید می‌شوند (ماده ۱ افسی‌تی سی دابل‌واچ او (اف))

۳,۶. رژیم شدید: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵ میلی‌لیتر، فاصله پک ۳۰ ثانیه، مدت زمان پک ۲ ثانیه و مسدود کردن ۱۰۰ درصد دریچه‌های تهویه فیلتر است. (اگر قابل اجرا باشد)

۳,۷. رژیم ایزو: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵ میلی‌لیتر، فاصله پک ۶۰ ثانیه، مدت زمان پک ۲ ثانیه و عدم مسدود شدن دریچه‌های تهویه فیلتر است. (اگر قابل اجرا باشد)

۳,۸. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای آزمایش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۳,۹. نمونه مورد آزمایش: محصول مورد آزمایش که به صورت تصدیفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.

۳,۱۰. بخش مورد آزمایش: بخش تصادفی از نمونه آزمایشی که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشی باشد.

۴. خلاصه روش اجرایی

۴,۱. خلاصه‌ای از رویکرد تحلیلی انتخاب شده

۴,۲.

۴,۳.

۴,۴.

۵. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۵,۱. همانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر از احتیاطات ایمنی و زیست محیطی معمول پیروی کنید.

۵,۲. آزمایش و ارزیابی برخی محصولات با این روش آزمایش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند قصد ندارد به تمام جنبه‌های

ایمنی مرتبط با استفاده از آن پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می کنند، مسئولیت دارند که با مقامات مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را در ارتباط با هر گونه الزامات مقررا قابل اجرا موجود قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۵,۳. برای جلوگیری از استنشاق یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق نشده، محلول های استاندارد، محلول های استخراج شده یا نمونه های جمع آوری شده از یک هود بخارات شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۵,۴. در صورت لزوم، اقدامات احتیاطی ایمنی و/یا زیست محیطی خاصی را لحاظ کنید.

۶. دستگاه ها و تجهیزات

۶,۱. تجهیزات مورد نیاز برای آماده سازی پرکننده تنباکوی سیگار / سیگار همان طور که در ایزو ۳۴۰۲ مشخص شده است. [۲,۳]

۶,۲. تجهیزات مورد نیاز برای انجام علامت گذاری طول انتهای سیگار همان طور که در ایزو ۴۳۸۷ مشخص شده است [۲,۲] (فقط برای روش دود کردن).

۶,۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشاندن دریچه های تهویه برای رژیم شدید همان طور که در شبکه آزمایشگاهی تنباکو سازمان جهانی بهداشت، روش استاندارد عملیاتی برای کشیدن شدید سیگار (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک-۰۱) مشخص شده است. [۲,۵] (فقط برای روش دود کردن)

۶,۴. تجهیزات مورد نیاز برای انجام دود کردن محصولات دخانی همان طور که در ایزو ۳۳۰۸ مشخص شده است [۲,۱]

۶,۵. ترازوی تحلیلی کالیبره شده با قابلیت اندازه گیری حداقل X اعشار

۶,۶.

۶,۷.

۶,۸. کروماتوگرافی گازی موئینگی (جی سی)، مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله (اف آی دی)

= مثال

۶,۹. ستون کروماتوگرافی گازی موئینگی قادر به جداسازی متمایز پیک‌های حلال، پیک‌ها برای استاندارد داخلی، نیکوتین و سایر محتویات تنباکو (به عنوان مثال Varian WCOT FUSED SILICA، ۲۵ متر ۰.۲۵x میلی متر ID، پوشش: CP-WAX 51).

= مثال.

۷. معرف‌ها و منابع

همه معرف‌ها باید حداقل دارای گرید معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت خدمات انتزاعی شیمیایی (CAS) شناسایی می‌شوند.

۷,۱.

۷,۲.

۷,۳.

۷,۴.

۷,۵.

۸. تهیه ظروف شیشه‌ای

ظروف شیشه‌ای را به گونه‌ای تمیز و خشک کنید تا هیچ آلودگی‌ای در آن باقی نماند.

۹. آماده‌سازی حلال‌ها

۹,۱. نام حلال

۹,۱,۱.

۹,۱,۲.

۹,۱,۳.

۹,۱,۴.

پیوست ۱ صفحه ۸ شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت راک-۰۲

۹,۲. نام حلال

.۹,۲,۱

.۹,۲,۲

.۹,۲,۳

.۹,۲,۴

.۹,۳ نام حلال

.۹,۳,۱

.۹,۳,۲

.۹,۳,۳

.۹,۳,۴

۱۰. آماده‌سازی استانداردها

روش تهیه محلول‌های استاندارد که در زیر توضیح داده شده است برای مقاصد مرجع است. آماده‌سازی محلول‌های استاندارد در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۱۰,۱. (ماده) محلول استاندارد داخلی (در صورت وجود)

۱۰,۱,۱. (ماده) محلول موجودی یدخیره استاندارد داخلی (X.X mg/ml)

.۱۰,۱,۱,۱

.۱۰,۱,۱,۲

.۱۰,۱,۱,۳

۱۰,۱,۲. (مواد) محلول استاندارد داخلی (مخلوط) (X.X mg/mL)

.۱۰,۱,۲,۱

.۱۰,۱,۲,۲

.۱۰,۱,۲,۳

۱۰,۲. (مواد) محلول استاندارد (x g/L)

۱۰,۲,۱. (مواد) محلول موجودی ذخیره (X.X mg/ml)

۱۰,۲,۱,۱

۱۰,۲,۱,۲

۱۰,۲,۲ (مواد) محلول استاندارد رقیق شده (مخلوط) (X.X mg/mL)

۱۰,۲,۲,۱

۱۰,۲,۲,۲

۱۰,۲,۳ (مواد) محلول‌های استاندارد نهایی (مخلوط).

۱۰,۲,۳,۱. محلول‌های استاندارد نهایی را مطابق جدول X تهیه کنید.

۱۰,۲,۳,۲

غلظت نهایی استانداردهای داخلی را می‌توان با استفاده از معادله زیر تعیین کرد:

$$\text{غلظت نهایی (IS) (ng/mL)} = x * \text{XXXX}$$

که در آن X وزن اصلی (بر حسب گرم) استاندارد است که در ... تعیین شده است.

غلظت نهایی استانداردها با استفاده از معادله زیر تعیین می‌شود:

$$\text{غلظت نهایی (ng/mL)} = x * y / \text{XXX}$$

که در آن X وزن اصلی استاندارد (بر حسب گرم) است که در Y ... حجم (بر حسب میکرولیتر) محلول اسپایکینگ که در

...

غلظت نهایی (ماده) در محلول‌های استاندارد در جدول X نشان داده شده است.

جدول X. غلظت (مواد) در محلول‌های استاندارد

سطح تقریبی معادل سطوح	حجم مولفه (های) در	حجم	حجم	غلظت مناسب (مواد) در	سطح تقریبی معادل سطوح
استاندارد	محلول استاندارد	کل	محلول	محلول استاندارد مخلوط	ناشناخته در دود اصلی
(X گرم در لیتر)	(X گرم در لیتر)	(mL)	(μL)	IS (μL)	سیگار (mg/cig) یا
(میلی لیتر)	(میلی لیتر)			نهایی	پرکننده تنباکوی سیگار
					(mg/g)

۱

۲

۳

۴

۵

محدوده محلول‌های استاندارد ممکن است بسته به تجهیزات مورد استفاده و نمونه‌های مورد آزمایش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی بر حساسیت روش تنظیم شود.

تمام حلال‌ها و محلول‌ها باید قبل از استفاده در دمای اتاق تنظیم شوند.

۱۱. نمونه‌گیری

۱۱,۱. سیگار مطابق با ایزو ۸۲۴۳ [۲۳.۴] یا در صورت نیاز برای کاربرد خاص روش نمونه‌گیری در صورت نیاز به مقررات خاص یا در دسترس بودن نمونه‌ها، ممکن است از روش‌های جایگزین برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده استفاده شود.

۱۱,۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۱۱,۲,۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت وجود به واحد اندازه‌گیری خرید و فروش جداگانه تقسیم کنید.

۱۱,۲,۲. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل $n \sqrt{2.6}$ از واحدهای خرید و فروش منفرد بگیرید.

۱۱,۲,۳. اگر هیچ واحد اندازه‌گیری خرید و فروش منفرد موجود نیست، کل نمونه آزمایشگاهی را در یک واحد ترکیب کنید.

۱۱,۲,۴. مقدار محصول مورد نیاز را به صورت تصادفی از واحد ترکیبی بگیرید.

۱۲. آماده‌سازی سیگار

۱۲,۱. همه سیگارها را مطابق با ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] برای دودشدن آماده کنید.

۱۲,۲. سیگارها را مطابق با ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] و راک ۰۱ تبلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] در طول ته سیگار علامت‌گذاری کنید.

۱۲.۳. نمونه‌های آزمایشی را برای دود کردن مطابق با شرایط دود کردن ایزو یا شدید همان‌طور که در راک ۰۱
تبلنت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است، آماده کنید. [۲.۵]

یا

۱۲.۱. پرکننده تنباکوی سیگار را از سیگارها و نمونه‌های QC (در صورت امکان) حداقل یک پاکت (مثلاً حاوی ۲۰ نخ
سیگار) بردارید یا از حداقل XX گرم پرکننده تنباکوی فرآوری شده استفاده کنید.

۱۲.۲. پرکننده تنباکوی سیگار به میزان کافی را با هم ترکیب و مخلوط کنید تا حداقل XX گرم برای هر نمونه آزمایشی
تشکیل شود.

۱۲.۳. پرکننده تنباکوی سیگار را مخلوط کرده و آسیاب کنید تا پرکننده تنباکو به اندازه کافی کاهش یابد تا از صفحه ۴
میلی‌متری عبور کند.

۱۲.۴. پرکننده تنباکوی آسیاب شده (برای اجزای غیرفرار) را مطابق با استاندارد ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] برای محصول تنباکو
آماده کنید.

نکته برای ویرایشگر: شرطی‌سازی توصیه می‌شود مگر اینکه برای روش تحلیلی مضر باشد.

۱۳. آماده‌سازی ماشین دود کننده

(اگر قابل اجرا نیست عنوان پاراگراف را نگه دارید و بنویسید «برای این روش قابل اجرا نیست».)

۱۳.۱. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دود کردن در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۱۳.۲. مشخصات دستگاه

از مشخصات دستگاه ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] پیروی کنید، به جز برای دود کردن شدید، که دستگاه دود کننده باید همان‌طور که
در راک ۰۱ تبلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۵] توضیح داده شده است، آماده شود.

۱۴. تولید نمونه

(اگر قابل اجرا نیست عنوان پاراگراف را نگه دارید و بنویسید «برای این روش قابل اجرا نیست».)

توجه: تعداد کافی سیگار را روی دستگاه دود کننده مشخص شده دود کنید به اندازه‌ای که نشئت (بریک ثرو) حاصل
نشود و غلظت نام محتوا در محدوده کالیبراسیون تهیه شده برای آنالیز قرار گیرد.

۱۴,۱. نمونه‌های آزمایش سیگار را دود کنید و کل ذرات معلق را جمع‌آوری کنید، همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] یا در راک ۰۱ تب‌لب‌نت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است.

۱۴,۲. یک نمونه آزمایش مرجع برای کنترل کیفیت، در صورت امکان قرار دهید.

۱۴,۳. هنگام آزمایش انواع نمونه برای اولین بار، میزان نشت باید ارزیابی شود. ممکن است لازم باشد تعداد سیگارها برای جلوگیری از نشت پد فیلتر لازم باشد تنظیم شود. اگر کل ذرات معلق از ۶۰۰ میلی گرم برای فیلتر ۹۲ میلی متری یا ۱۵۰ میلی گرم برای پد فیلتر ۴۴ میلی متری بیشتر شود، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد باید کاهش یابد.

۱۴,۴. تعداد سیگارهایی که باید به ازای هر نتیجه دود شوند برای ماشین‌های دودکننده خطی و دوار در رژیم‌های دود کردن ایزو و شدید در جدول X نشان داده شده است.

جدول X. تعداد سیگارهایی که باید برای یک اندازه‌گیری در ماشین‌های دود کننده خطی و دوار دود شوند.

	رژیم دود کردن شدید		رژیم دود کردن ایزو	
	خطی	دوار	خطی	دوار
تعداد سیگارها به ازای پد	۳	۲۰	۵	
تعداد پدها به ازای نتیجه	۷	۱	۴	

۱۴,۵. تعداد سیگار و کل پک‌ها را برای هر پد فیلتر ثبت کنید.

۱۴,۶. پس از دود کردن تعداد مورد نیاز نمونه آزمایشی، پنج پک پاک‌سازی انجام دهید و نگهدارنده پد را از دستگاه دود کننده خارج کنید.

۱۵. آماده‌سازی نمونه

«برای روش همراه با استعمال»:

۱۵,۱. استخراج پدهای فیلتر

پدها را از نگهدارنده‌ها جدا کنید. هر پد را از وسط به طور آزادانه تا کنید، و سپس دوباره به نصف تا کنید، به طوری که کل ذرات معلق در داخل قرار گیرد. از سمت مخالف جایی که کل ذرات معلق جمع‌آوری می‌شود، برای پاک کردن سطح

داخلی نگهدارنده پد استفاده کنید، به این صورت هرگونه ذرات موجود در نگهدارنده در بر گرفته می شود. هر پد فیلتر را قرار دهید.

.....

۱۵,۱,۱

۱۵,۱,۲

۱۵,۱,۳

«برای روش بدون استعمال»:

۱۵,۱,۴. X.X گرم از نمونه آزمایشی خوب مخلوط شده، آسیاب شده و آماده شده را بردارید و آن را با دقت X.XXX گرم در ظرف استخراج وزن کنید.

۱۵,۱,۵

۱۵,۱,۶

۱۵,۱,۷

۱۶. تجزیه و تحلیل نمونه

تکنیک به خصوص برای کمی سازی نام گروه محتواها در جریان اصلی دود اصلی سیگار / پرکننده توتون سیگار استفاده می شود. این آنالیت ها از سایر تداخلات بالقوه در ستون مورد استفاده جدا می شوند. مقایسه نسبت مساحت مجهولات با نسبت مساحت غلظت های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت های منفرد را به دست می دهد.

۱۶,۱. نام نوع ابزار شرایط عملیاتی: مثال

این بخش نمونه ای از تجهیزات HPLC یا کروماتوگرافی و شرایط عملیاتی را نشان می دهد. اطلاعات کافی باید ارائه شود تا نتایج توسط آزمایشگاه دیگری تکرار شود.

ستون HPLC: نام تجاری و نوع ستون (XX x XXX میلی متر، اندازه ذرات X.X میکرومتر) یا معادل آن

حجم تزریق: X میکرولیتر

دمای کوره ستونی: XX + X درجه سانتی گراد (به صورت متناسب برای ستون خاص مورد استفاده، تغییر دهید)

گاز زدا: روشن / خاموش

جریان پمپ باینری: X.X میلی لیتر در دقیقه

فاز سیار الف:

فاز سیار ب:

گرایان: در جدول X زیر نشان داده شده است

کل زمان تجزیه و تحلیل: XX دقیقه

جدول X. گرایان HPLC برای جداسازی نام محتوا(ها)

زمان (دقیقه)	جریان (میکرولیتر بر دقیقه)	فاز سیار الف	فاز سیار ب (درصد)
			(درصد)

توجه: بسته به شرایط ابزار و ستون و همچنین وضوح قله‌های کروماتوگرافی، ممکن است نیاز به تنظیم پارامترهای عملیاتی باشد.

یا

ستون کروماتوگرافی گازی: نام برند و نوع ستون را بنویسید، XX m x X.XX mm ID

پوشش: نام نوع پوشش یا معادل آن را ذکر کنید

دمای ستون: XXX درجه سانتی گراد (هم‌دمای یا شامل جدولی با برنامه دما)

دمای تزریق: XXX درجه سانتی گراد

دمای آشکارساز: XXX درجه سانتی گراد

گاز حامل: نوع گاز با سرعت جریان X.X میلی‌لیتر در دقیقه را ذکر کنید

حجم تزریق: X.X میکرولیتر

حالت تزریق: تقسیم به نسبت ۲ به ۱: XX:X

توجه: بسته به شرایط ابزار و ستون و همچنین وضوح قله‌های کروماتوگرافی، ممکن است نیاز به تنظیم پارامترهای عملیاتی باشد.

۱۶,۲. زمان‌های ماند مورد انتظار

۱۶,۲,۱. برای شرایطی که در اینجا توضیح داده شده است، توالی مورد انتظار شستشو نام محتوا(ها) را به ترتیب RT مورد انتظار ذکر کنید، خواهد بود.

۱۶,۲,۲. تفاوت در به‌عنوان مثال. برای اچ‌پی‌ال‌سی: سرعت جریان، غلظت فاز متحرک و سن ستون ممکن است زمان ماند را تغییر دهد. برای کروماتوگرافی گازی: دما، سرعت جریان گاز و سن ستون ممکن است زمان بازداری را تغییر دهد.

۱۶,۲,۳. ترتیب شست‌وشو و زمان‌های بازداری، باید قبل از شروع تجزیه و تحلیل تأیید شود.

۱۶,۲,۴. با استفاده از شرایط فوق، کل زمان تحلیل مورد انتظار حدود XX دقیقه خواهد بود. (زمان تجزیه و تحلیل ممکن است برای بهینه‌سازی عملکرد افزایش یابد)

۱۶,۲,۵. در صورت نیاز، اگر تنظیمات ابزار خاص تاثیر خاصی بر زمان نگهداری دارد می‌توانید آن را اینجا ذکر کنید.

۱۶,۳. تعیین نام (گروه) محتواها.

توالی تعیین مطابق با روش‌های هر آزمایشگاه خواهد بود. این بخش نمونه‌ای از توالی تعیین نام (گروه) محتواها را نشان می‌دهد.

۱۶,۳,۱. (در صورت نیاز) دو نمونه یکسان از یک محلول استاندارد و عصاره‌های نمونه را تحت شرایط یکسان تزریق کنید.

۱۶,۳,۲. سیستم را درست قبل از استفاده با تزریق دو واحد X میکرولیتر از محلول نمونه به‌عنوان آغازگر آماده کنید. (در صورت نیاز)

۱۶,۳,۳. برای تأیید عملکرد سیستم HPLC-MS/MS/GC، یک استاندارد چک (بلاک با برچسب استانداردهای داخلی) تحت شرایط مشابه نمونه‌ها تزریق کنید.

۱۶,۳,۴. یک محلول بلانک (محلول استخراج منهای استاندارد(های) داخلی) را برای بررسی هر گونه آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.

۱۶,۳,۵. یک نمونه از هر محلول استاندارد را به HPLC-MS/MS/GC تزریق کنید.

۱۶,۳,۶. نواحی قله نام محتواها و استاندارد(های) داخلی را ثبت کنید.

۱۶,۳,۷. نسبت پاسخ نسبی (RF) قله نام محتواها به قله استاندارد داخلی (RF = Anicotine / AIS) را برای هر یک از محلول‌های استاندارد محتوا از جمله بلانک‌های حلال محاسبه کنید.

۱۶,۳,۸. نمودار غلظت نام محتواها (محور X) را مطابق با نسبت‌های مساحت (محور Y) رسم کنید.

۱۶,۳,۹. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی داری با صفر داشته باشد.

۱۶,۳,۱۰. خطی بودن منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد گسترش یابد.

۱۶,۳,۱۱. یک معادله رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید. اگر رگرسیون خطی کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر یک نقطه کالیبراسیون مشخص بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، این نقطه باید حذف شود.

۱۶,۳,۱۲. مواد برای کنترل کیفیت و نمونه‌ها را تزریق کنید و نواحی قله را با استفاده از نرم‌افزار مناسب تعیین کنید.

۱۶,۳,۱۳. سیگنال (منطقه قله) به دست آمده برای تمام بخش‌های آزمایش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرد، در غیر این صورت محلول‌ها باید در صورت لزوم انطباق داده شوند.

توجه: برای کروماتوگرام‌های نماینده به پیوست X مراجعه کنید.

۱۷. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۱۷,۱. نسبت پاسخ نسبی از نواحی قله را برای هر یک از TSNA ها برای هریک از استانداردهای کالیبراسیون محاسبه کنید [۱۰.۲.۳]:

$$RF = \frac{A_a}{A_{IS}}$$

که در آن:

$RF =$ نسبت پاسخ نسبی

$A_a =$ مساحت آنالیت هدف

$A_{IS} =$ مساحت استاندارد داخلی مربوطه.

نموداری برای هر یک از نام محتواها (گروه)، ضریب پاسخ نسبی، A_a / A_{IS} ، (محور Y) در مقابل غلظت (محور X) رسم کنید. یک معادله رگرسیون خطی ($RF = kX + m$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (k) و مقطع (m) رگرسیون خطی استفاده کنید.

۱۷،۲. خطی بودن منحنی استاندارد باید کل محدوده استاندارد را پوشش دهد.

۱۷،۳. محتوای M_{ts} یک «جزء» معین از آنالیت هدف (سیگار/ng) از نسبت پاسخ نسبی محاسبه شده برای بخش آزمایش، شیب و برش به دست آمده از منحنی کالیبراسیون مناسب و معادله تعیین می‌شود:

(مثال)

$$M_{ts} = \frac{Y - m}{k} \times \frac{V}{N}$$

که در آن:

$M_{ts} =$ محتوای محاسبه شده، در سیگار/ng

$V =$ حجم محلول استخراج (۴۰ میلی‌لیتر)

$N =$ تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد.

«در صورت تناسب، ممکن است از روش‌های محاسبه جایگزین نیز استفاده شود!»

۱۸. اقدامات احتیاطی خاص

۱۸،۱. پس از نصب ستون جدید، آن را مطابق با شرایط تعیین شده توسط سازنده، آماده کنید و سپس عصاره نمونه تنباکو را طبق شرایط مشخص شده برای ابزار، تزریق کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) نام محتواها و استانداردهای داخلی قابل تکرار باشند.

۱۸,۲.

۱۸,۳.

۱۹. گزارش داده‌ها

۱۹,۱. هریک از اندازه‌گیری‌ها را برای هر یک از نمونه‌های ارزیابی شده گزارش کنید.

۱۹,۲. نتایج باید همان‌طور که توسط مشخصات روش مشخص شده، گزارش شوند.

۱۹,۳. برای اطلاعات بیشتر، به شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت، روش عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و انتشارات محصولات تنباکو مراجعه کنید (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۲ [۲.۶])

۲۰. کنترل کیفیت

۲۰,۱. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه‌گیری‌های کنترل خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: در صورت لزوم باید اقدامات بیشتری برای تضمین کیفیت آزمایشگاه انجام شود تا با سیاست‌های هر آزمایشگاه مطابقت داشته باشد.

۲۰,۲. بلانک معرف آزمایشگاهی

برای تشخیص آلودگی احتمالی در حین آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک بلانک معرف آزمایشگاهی، همان‌طور که در بند ۱۶.۳.۴ توضیح داده شده است، قرار دهید. بلانک شامل تمام معرف‌ها و مواد مورد استفاده در تجزیه و تحلیل نمونه‌های آزمایشی است و مانند نمونه آزمایشی آنالیز می‌شود. ارزیابی بلانک باید مطابق با شیوه‌های هر آزمایشگاه باشد.

۲۰,۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع را مطابق با شیوه‌های آزمایشگاه جداگانه تجزیه و تحلیل کنید.

۲۱. مشخصات روش عملکرد

۲۱,۱. حد گزارش‌دهی

حد گزارش‌دهی بر روی حداقل غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم می‌شود که مجدداً به $XX \text{ mg/L}$ با $XX \text{ mg/g/mg/cig}$ به‌عنوان کمترین محلول کالیبراسیون) محاسبه می‌شود. داده‌های خارج از محدوده کالیبراسیون باید در صورت لزوم به‌صورت زیر حد کمی (BLOQ) یا بالاتر از حد کمی (ALOQ) گزارش شود.

۲۱،۲. بازیابی ماتریس تقویت شده آزمایشگاهی.

بازیابی آنالیت اسپایک شده به ماتریس به‌عنوان یک معیار نیابتی برای دقت استفاده می‌شود. بازیابی با اسپایک‌ینگ مقادیر معلومی از استانداردها تعیین می‌شود
..... روشی را برای انجام تعیین بازیابی اضافه کنید.

همان‌طور که در جدول X نشان داده شده است، بازیابی از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

بازیابی = $100 \times (\text{نتیجه تحلیلی} - \text{نتیجه اسپایک نشده} / \text{مقدار اسپایک شده})$

جدول ۵. میانگین و بازیابی گروه اجزای اضافه شده به ماتریس

مؤلفه	مؤلفه		مؤلفه		مؤلفه	
	میانگین (ng)	بازیابی (%)	میانگین (ng)	بازیابی (%)	میانگین (ng)	بازیابی (%)
مقدار مشخص	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X
	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X
	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X	XX.X

۲۱،۳.

۲۱،۴. ویژگی تحلیلی

«توصیف ویژگی تحلیلی روش / تکنیک مورد استفاده»، به‌عنوان مثال، زمان مانند آنالیت مورد نظر برای تأیید ویژگی تحلیلی استفاده می‌شود. محدوده مشخصی از نسبت‌های پاسخ جزء به جزء استاندارد داخلی کنترل کیفیت جریان اصلی دود سیگار / پرکننده تنباکوی سیگار برای تمایز ویژگی نتایج از یک نمونه ناشناخته استفاده می‌شود.

۲۱،۵. خطی بودن

منحنی‌های کالیبراسیون محتواهای ایجاد شده در محدوده غلظت استاندارد $XX \text{ ng/mL}$ تا $XX \text{ ng/mL}$ خطی است/هستند.

۲۱،۶. تداخل‌های احتمالی

وجود XXX می‌تواند باعث تداخل شود زیرا زمان ماند این مؤلفه می‌تواند مشابه زمان ماند «مؤلفه / استاندارد داخلی» باشد. این تداخل به احتمال زیاد در نمونه‌های حاوی XXX رخ می‌دهد.

یا (مثال)

هیچ مؤلفه شناخته شده‌ای وجود ندارد که بتواند با داشتن زمان ماند مشابه با مؤلفه/ها یا استاندارد(های) داخلی تداخل ایجاد کند.

۲۲. تکرارپذیری و تکثیر پذیری

در سال ۲۰۱۲ یک مطالعه مشترک بین‌المللی مطابق با (شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی سلامت) انجام و روش عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو (راک شماره ۰۲ تب‌لبنت سازمان جهانی بهداشت) ارائه شد [۶،۲]. این مطالعه محدودیت‌های دقت زیر را برای این روش ارائه کرد:

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه‌های سیگار مچ شده که توسط یک کارور، با استفاده از تجهیزات مشابه و در کوتاه‌ترین زمان ممکن از تکرارپذیری، ۲— به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش — به دست می‌آید، با یکدیگر متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های سیگار مچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شده، بیش از تکثیرپذیری، R— به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش — متفاوت هستند.

نتایج سنجش تحت تجزیه و تحلیل آماری مطابق با ایزو ۱-۵۷۲۵ [۲،۲۳] و ایزو ۲-۵۷۲۵ [۲،۴] قرار گرفت و داده‌های دقت‌سنجی آن در جدول X نشان داده شد.

برای روش‌های همراه با دود کردن

برای محاسبه R و r ، نتیجه یک سنجش تحت شرایط دود کردن، ایزو به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده چهار پد فیلتر کمبریج (سی‌اف‌پی‌ها) (پنج نخ سیگار در هر پد) از ماشین‌های دودکننده خطی و یک سی‌اف‌پی (۲۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دودکننده دوار تعریف می‌شود. در شرایط دود کردن شدید، یک نتیجه آزمایش به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده هفت سی‌اف‌پی (سه نخ سیگار دود شده در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و دو سی‌اف‌پی (۱۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف شد.

جدول X: محدودیت‌های دقت برای تعیین محتوای دود سیگار در جریان اصلی (میلی گرم / سیگار) از مواد مرجع آزمایش.

سیگارهای مرجع	رژیم دود کردن ایزو				رژیم دود کردن شدید			
	R_{limit}	r_{limit}	m_{cig}	N	R_{limit}	r_{limit}	m_{cig}	N
1R5F	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X
3R4F	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X
CM6	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X

توجه: سطح برند تجاری در محدوده مواد مرجع بوده و بنابراین در این جدول گزارش نشده است.

یا برای روش‌های بدون دود کردن

جدول X: محدودیت‌های دقت برای تعیین محتویات در پرکن تنباکوی سیگار (mg/g) از قطعات آزمایش مرجع.

محصولات مرجع	پرکن فیلتر			
	R_{limit}	r_{limit}	m_{cig}	N
1R5F	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X
3R4F	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X
CM6	XX.XX	XX.XX	XX.XX	X

توجه: سطح برند تجاری در محدوده مواد مرجع بوده و بنابراین در این جدول گزارش نشده است.

۲۳. کتابشناسی

۲۳، ۱. (شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت)، گزارش اعتبارسنجی روش سازمان جهانی سلامت تابلنت روش رسمی XXXX: تعیین محتوای (گروه) در جریان اصلی دود سیگار / پرکننده تنباکوی سیگار

۲۳، ۲. ایزو ۱-۵۷۲۵ دقت (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۱: اصول و تعاریف کلی.

۲۳، ۳. ارجاع به روش اصلی که روش از آن کسر شده است (در صورت وجود).

۲۳، ۴. ایزو ۸۲۴۳: سیگار - نمونه‌گیری

۲۳، ۵. دفتر مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد (UNODC)؛ دستورالعمل نشان دهنده نمونه‌گیری دارویی

[http://www.unodc.org/documents/scientific/ Drug_Sampling.pdf](http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf)

۲۳، ۶. استانداردهای ایزو - محصولات توسط تی‌سی (وب سایت روش‌های سفارش): ایزو/ تی‌سی ۱۲۶.

پیوست ۲. نمونه / الگوی محتویات دستورالعمل اعتبارسنجی



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

دستورالعمل برای اعتبارسنجی روش تحلیلی برای تعیین محتوا(ها) در تنباکو

روش:	دستورالعمل برای اعتبارسنجی روش تحلیلی برای تعیین محتوا(ها) در پرکننده تنباکوی سیگار
آنالیت‌ها:	هدف آنالیت (ها)
ماتریس:	دخانیات
آخرین به‌روزرسانی:	ماه ایکس، سال ایکس

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلو اچ او) به عنوان یک روش انجام کار (راک) اعتبارسنجی روش های تحلیلی برای تعیین محتویات تنباکو و محتوای پرکننده تنباکو سیگار تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماعی برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضای کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، گروه کاری مواد ۹ و ۱۰ محتویات زیر را مشخص کرد که برای آن ها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید به عنوان اولویت تأیید شوند:

• نیکوتین

• آمونیاک

• مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (تانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی با استفاده سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در نشست اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه، انتشارات زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- ۴- (متیل نیتروزامینو)-۱-(۳-پیریدیل)-۱-بوتانون (انان کی)

- نرمال نیتروسونورنیکوتین (انان)

- استالدهید

- آکریل آلدهید (آکرولئین)

- بنزن

- بنزو [a] پیرن

- ۱،۳- بوتادین

- مونوکسید کربن

- فرمالدهید

اندازه گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین های خاص تنباکو (انان کی و انان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳- بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

۱. محدوده

معرفی یک روش استاندارد برای تعیین محتویات موجود در تنباکو و پرکننده سیگار در آزمایشگاه‌های صنعتی غیروابسته به دخانیات و تعیین میزان توافق بر روی محتوا بین شرکت کنندگان.

۲. برنامه‌ها

معرفی روش استاندارد

یک روش استاندارد توصیف شده است، براساس منبع روش.

۲،۱. روش استاندارد شده برای همه اعضای تابلنت به همراه این پروتکل و دعوتنامه برای شرکت در این مطالعه ارسال می‌شود که براساس روز ماه سال بسته خواهد شد.

۲،۲. سیگار را سنجش کنید

سیگارهای آزمایشی یا مقالات آزمایشی توسط یکی از اعضای تابلنت تهیه و برای همه شرکت کنندگان ارسال می‌شود. تعداد کل سیگارهای موردنیاز برای این مطالعه پس از بسته‌شدن فراخوان برای شرکت کنندگان مشخص خواهد شد. براساس روز ماه سال نمونه‌ها به همراه راک، پروتکل مطالعه و برگه داده مایکروسافت اکسل برای نتایج سنجش بین همه شرکت کنندگان توزیع می‌شود. لطفاً هیچ برگه داده‌ای را برای راحتی تجزیه و تحلیل داده‌ها تغییر ندهید.

۲،۳. محدوده و زمان اندازه‌گیری

اندازه‌گیری‌های محتوا باید بین تاریخ روز ماه سال و روز ماه سال انجام شود. شرکت کنندگان باید هر یک از هفت ارزیابی از هر نمونه را در یک روز جداگانه انجام دهند (بیش از یک نمونه در روز قابل اندازه‌گیری است). (ارزیابی).

۲،۴. گزارش نتایج

نتایج آزمایش مطالعه باید با استفاده از برگه داده تعیین شده حداکثر تا تاریخ روز ماه سال به سازمان جهانی بهداشت گزارش شود:

فرد کانونی تابلنت سازمان جهانی بهداشت

ژنو، سوئیس

سازمان جهانی بهداشت به هر آزمایشگاه شرکت کننده به صورت محرمانه اعداد رمز اختصاص می‌دهد.

۲،۵. تجزیه و تحلیل داده‌ها و ارزیابی آماری

داده‌های گزارش شده توسط تبلنت ارزیابی آماری خواهد شد، همان‌طور که در شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت، روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش تحلیلی محتویات و انتشارات محصولات دخانی تنباکو (راک ۰۲ تبلنت سازمان جهانی بهداشت) در ترکیب با ایزو ۵۷۲۵ قسمت ۲ شرح داده شده است.

- دقت (درستی و دقیق بودن) روش‌های اندازه‌گیری و نتایج - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد.

گزارش خلاصه‌ای از نتایج و ارزیابی آماری توسط تبلنت قبل از تاریخ روز ماه سال برای همه شرکت کنندگان ارسال خواهد شد. ارزیابی آماری در اولین جلسه تبلنت پس از آنکه نتایج برای همه شرکت کنندگان ارسال شود مورد بحث قرار خواهد گرفت.

۳. موارد سنجش

۳.۱. توضیحات

برای مطالعه اعتبارسنجی، تعداد نمونه‌ها به پنج عدد تقسیم شده است که به سه سیگار به اصطلاح مرجع و دو برند تجاری موجود تقسیم می‌شوند. به دلایل کارایی، نمونه‌هایی که برای مطالعه اعتبارسنجی تمام محتوای ارزیابی استفاده می‌شوند برای همه شرکت کنندگان ارسال می‌شود.

جدول ۱: نمونه‌های آزمایشی برای مطالعه نیتروز آمین‌های خاص تنباکو

اسم نمونه	نوع محصول	کد نمونه
1R5F	سیگار مرجع	الف
2R4F	سیگار مرجع	ب
CM6	سیگار مرجع	ج
نام تجاری	سیگار	د
نام تجاری	سیگار	هـ

۳.۲. ارسال و دریافت

الف) تبلنت ## نمونه سیگار یا تنباکو از هر نمونه را برای هر آزمایشگاه شرکت کننده ارسال می‌کند.

ب) تب‌لبنت به همه آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده اطلاع می‌دهد که نمونه‌ها ارسال شده‌اند.

ج) پس از دریافت، هر آزمایشگاه شرکت‌کننده، تب‌لبنت را از طریق ایمیل از دریافت نمونه‌ها و هرگونه مشکل یا آسیب به سیگار مطلع می‌کند.

د) در صورت مواجه شدن با مشکل حین حمل و نقل، تب‌لبنت نمونه‌های جایگزین را در اسرع وقت پس از اطلاع‌رسانی ارسال می‌کند.

ه) پس از دریافت نمونه‌ها، هر آزمایشگاه آنالیزها را تکمیل کرده و داده‌ها را در برنامه زمانی تعیین شده گزارش می‌دهد.

و) برای جلوگیری از آسیب، نمونه‌ها را به دقت کنترل کنید. سیگارهایی را که آشکارا آسیب دیده‌اند یا مقادیر قابل توجهی تنباکو از دست داده‌اند دور بریزید.

۳,۳. ذخایر

نمونه‌ها را می‌توان تا سه ماه در دمای اتاق نگهداری کرد. برای مدت طولانی‌تر، نمونه‌ها باید در بسته‌بندی اصلی یا ظروف در بسته در فریزر با دمای منفی ۲۰ درجه سانتی‌گراد یا پائین‌تر نگهداری شوند.

۳,۴. آماده‌سازی نمونه

آماده‌سازی نمونه باید براساس راک (در صورت نیاز آسیاب و الک) انجام شود.

۳,۵. تعداد موردهای سنجش که باید تجزیه و تحلیل شوند.

برای هر نمونه جداگانه هفت اندازه‌گیری تکراری باید اجرا شود. هر یک از هفت ارزیابی از هر نمونه باید در یک روز جداگانه اجرا شود (بیش از یک نمونه در روز قابل اندازه‌گیری است).

۴. گزارش نتایج سنجش

نتایج آزمون باید با استفاده از فایل قالب میکروسافت اکسل ارائه شده از طریق ایمیل گزارش شود. لطفاً هیچ برگه داده‌ای را برای راحتی تجزیه و تحلیل داده‌ها تغییر ندهید.

اگر میکروسافت اکسل در دسترس نباشد، آزمایشگاه‌ها می‌توانند داده‌ها را به صورت الکترونیکی با استفاده از فرمت ASCII یا اگر این امکان وجود ندارد، با نسخه چاپی گزارش دهند.

نتایج آزمون باید طبق جزئیات ارائه شده در جدول ۲ ارائه شود.

جدول ۲: داده‌ها و فرمت‌های گزارش

گزارش به نزدیک ترین	واحد	پارامتر
gram ۱###.#	گرم	میزان تنباکوی استفاده شده
mg/gram ۱##,##	میلی گرم/گرم - میلی گرم/گرم	محتوا

شرکت کنندگان همچنین باید یک نمای کلی از تجهیزات اصلی مورد استفاده در مطالعه (نوع، مدل، سازنده) گزارش کنند. لطفاً برای جزئیات بیشتر به برگه داده مراجعه کنید.

اگر به هر دلیلی انحرافی از راک یا پروتکل مطالعه وجود داشت، لطفاً انحراف و دلیل آن را در برگه داده میکروسافت اکسل یا گزارش مختص هر آزمایشگاه شرکت کننده ذکر کنید.

۵. جدول زمانی پیش‌بینی شده

جدول زمانی	برنامه اعتبارسنجی روش محتوا(ها)
روز ماه سال	ارسال راک، پروتکل مطالعه و فراخوان برای شرکت کنندگان
روز ماه سال	بازگرداندن نظرات و استعلام مشارکت
روز ماه سال	ارسال نمونه برای شرکت کنندگان
روز ماه سال	انجام تجزیه و تحلیل و گزارش نتایج
روز ماه سال	ارزیابی آماری نتایج
روز ماه سال	گزارش خلاصه ارزیابی به شرکت کنندگان
پس از بحث در جلسه تابلنت	نتایج خلاصه را از طریق تی‌اف‌آی به مقالات ۹ و ۱۰ گروه کاری سی‌اوپی گزارش دهید.

پیوست ۳. نمونه / انتشار پروتکل اعتبارسنجی الگو



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

دستورالعمل برای اعتبارسنجی روش تحلیلی برای تعیین محتوا(ها) در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید

روش:	دستورالعمل برای اعتبارسنجی روش تحلیلی برای تعیین محتوا(ها) در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید
آنالیت‌ها:	قابل اجرا نیست
ماتریس:	جریان اصلی دود سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	ماه ایکس، سال ایکس

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلپاچ او) به عنوان یک روش انجام کار (راک) اعتبارسنجی روش های تحلیلی برای تعیین محتویات جریان اصلی دود توتون سیگار و محتویات پرکننده تنباکوی سیگار تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماعی برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضای کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، محتویات زیر را مشخص کرد که برای آن ها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تحلیلی) باید به عنوان اولویت اعتبارسنجی شوند:

• نیکوتین

• آمونیاک

• مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (تانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی با استفاده سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در نشست اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه، انتشارات زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴- (متیل نیتروزامینو)-۱-(۳-پیریدیل)-۱-بوتانون (انان کی)

• نرمال - نیتروسونورنیکوتین (انان ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکرولئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳- بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین های خاص تنباکو (انان کی و انان ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳- بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش های سنجش ذکر شده در بالا نشان می دهد.

دریچه های تهویه فیلتر	بسامد دود	حجم پک (ml)	رژیم دود کردن
بدون تغییر	هر ۶۰ ثانیه یکبار	۳۵	رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد
تمام دریچه های تهویه باید ۱۰۰٪	همان طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.	۵۵	رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان طور که نشان داده شده اصلاح شده است.
	هر ۳۰ ثانیه یکبار		

۱. محدوده

معرفی یک روش استاندارد برای تعیین محتوای جریان اصلی دود سیگار در آزمایشگاه‌های صنعت غیر دخانیات و بر روی محتوا(ها).

۲. برنامه‌ها

۲.۱. معرفی روش استاندارد شده

یک روش استاندارد شده براساس منبع روش توصیف شده است.

روش استاندارد شده برای همه اعضای تبلبنت به همراه این پروتکل و دعوتنامه برای شرکت در این مطالعه ارسال می‌شود که براساس روز ماه سال بسته خواهد شد.

۲.۲. سیگار را سنجش کنید

سیگارهای مورد سنجش توسط تبلبنت خریداری و برای همه شرکت کنندگان ارسال می‌شود. تعداد کل سیگارهای موردنیاز برای این مطالعه به تعداد شرکت کنندگان بستگی دارد و پس از بسته‌شدن فراخوان برای شرکت کنندگان مشخص می‌شود. روز ماه سال نمونه‌ها به همراه راک، پروتکل مطالعه و در یک کاربرگ از سند اکسل برای نتایج آزمون بین همه شرکت کنندگان توزیع می‌شود. لطفاً هیچ کاربرگ داده را برای راحتی واکافت داده‌ها تغییر ندهید.

۲.۳. محدوده و زمان اندازه‌گیری.

گروه محتوایی که توسط شرکت کنندگان در مطالعه تعیین می‌شود باید محتویات موجود در جریان اصلی دود سیگار باشد. برای تولید دود اصلی باید از دستگاه دود کننده استفاده شود. جزئیات بیشتر مربوط به نوع دستگاه‌های دود کننده از جمله طرح‌های دود کردن در جداول ۳ تا ۶ آورده شده است.

اندازه‌گیری‌های محتوا باید بین تاریخ (روز، ماه، سال) و (روز، ماه، سال) انجام شود. از شرکت کنندگان خواسته می‌شود هر یک از هفت تعیین را در هر نمونه در یک روز جداگانه انجام دهند (بیش از یک نمونه در روز قابل اندازه‌گیری است).

۲.۴. گزارش نتایج

نتایج سنجش مطالعه باید با استفاده از برگه داده تعیین شده حداکثر تا تاریخ (روز، ماه، سال) به سازمان جهانی بهداشت گزارش شود:

شخص قانونی تبلبنت سازمان جهانی بهداشت

ژنو، سوئیس

سازمان جهانی بهداشت به هر آزمایشگاه شرکت کننده به صورت محرمانه اعداد رمز اختصاص می‌دهد.

۲,۵. واکافت داده‌ها و ارزیابی آماری.

همانند شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت، داده‌های گزارش شده توسط تابلنت، روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات دخانی (راک-۰۲ تابلنت سازمان جهانی بهداشت)، (در ترکیب با ایزو ۵۷۲۵-۲: صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرارپذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد مورد ارزیابی آماری قرار خواهد گرفت.

گزارش خلاصه‌ای از نتایج و ارزیابی آماری توسط تابلنت قبل از تاریخ (روز، ماه، سال) برای همه شرکت کنندگان ارسال خواهد شد. ارزیابی آماری در اولین جلسه تابلنت پس از ارسال گزارش برای شرکت کنندگان مورد بحث قرار خواهد گرفت.

۳. موارد سنجش

۳,۱. توضیحات

برای مطالعه اعتبارسنجی تعداد نمونه‌ها به ۵ عدد تقسیم شده است که به سه سیگار به اصطلاح مرجع و دو برند تجاری موجود تقسیم می‌شوند. به دلایل کارایی، نمونه‌هایی که برای مطالعه اعتبارسنجی همه تعیین‌های انتشار استفاده می‌شوند، به‌طور هم‌زمان برای همه شرکت کنندگان ارسال می‌شوند.

جدول ۱: موارد آزمایشی برای مطالعه نیتروزامین‌های خاص سیگار

کد نمونه	نوع محصول	نام نمونه
الف	سیگار مرجع	1R5F
ب	سیگار مرجع	2R4F
ج	سیگار مرجع	CM6
د	سیگار	نام برند تجاری
هـ	سیگار	نام برند تجاری

۳,۲. ارسال و دریافت

الف) تابلنت ## سیگار از هر نمونه را برای هر آزمایشگاه شرکت کننده ارسال می‌کند.

ب) تب‌لبنت به همه آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده اطلاع می‌دهد که نمونه‌ها ارسال شده‌اند.

ج) پس از دریافت، هر آزمایشگاه شرکت‌کننده، دریافت نمونه‌ها و هرگونه مشکل یا آسیب به سیگار را از طریق ایمیل تب‌لبنت را مطلع خواهد کرد.

د) اگر در حین حمل و نقل با مشکل مواجه شد، تب‌لبنت نمونه‌های جایگزین را در اسرع وقت پس از اطلاع‌رسانی ارسال می‌کند.

ه) پس از دریافت نمونه‌ها، هر آزمایشگاه واکافت‌ها را تکمیل کرده و داده‌ها را در برنامه‌زمانی تعیین‌شده گزارش می‌دهد.

و) برای جلوگیری از آسیب، نمونه‌ها را به دقت کنترل کنید. سیگارهایی را که آشکارا آسیب دیده‌اند یا مقادیر قابل توجهی تنباکو از دست داده‌اند را دور بریزید.

۳.۳. ذخیره‌سازی

نمونه‌ها را می‌توان تا سه ماه در دمای اتاق نگهداری کرد. برای مدت طولانی‌تر، نمونه‌ها باید در بسته‌بندی اصلی یا ظروف در بسته در فریزر با دمای منفی ۲۰ درجه سانتی‌گراد یا پائین‌تر نگهداری شوند.

۳.۴. آماده‌سازی نمونه

آماده‌سازی نمونه باید براساس راک (انتخاب و ذخیره‌سازی) انجام شود. برای شناسایی بیشتر نمونه‌ها را علامت‌گذاری کنید. اگر فرآورده‌های تنباکو از بسته‌های اصلی خارج شده‌اند، آن‌ها را در ظروف در بسته به اندازه‌ای بزرگ نگهداری کنید که نمونه را در خود جای دهد و تا زمانی که نیاز باشد در دمای منفی ۲۰ درجه سانتی‌گراد یا کمتر نگه دارید.

۳.۵. تعداد موارد آزمونی که باید واکافت شوند

برای هر نمونه جداگانه، هفت اندازه‌گیری تکراری باید اجرا شود. هر یک از هفت تعیین در هر نمونه باید در یک روز جداگانه اجرا شود (بیش از یک نمونه در روز قابل اندازه‌گیری است).

۴. گزارش نتایج سنجش

نتایج سنجش باید با استفاده از یک سند اکسل ارائه شده از طریق ایمیل گزارش شود. لطفاً هیچ کاربرگ داده را برای راحتی واکافت داده‌ها تغییر ندهید.

اگر اکسل در دسترس نباشد، آزمایشگاه‌ها می‌توانند داده‌ها را به صورت الکترونیکی با استفاده از فرمت ASCII یا در غیراین صورت، با نسخه چاپی گزارش کنند.

نتایج سنجش باید طبق جزئیات ارائه شده در جدول ۲ ارائه شود.

جدول ۲: داده‌ها و فرمت‌های گزارش

مولفه تعیین کننده ^۲	واحد	نزدیک ترین نتیجه
وزن سیگار	گرم	.../... گرم
مولفه	سیگار/ng	.../... سیگار/ng
مولفه	سیگار/ng	.../... سیگار/ng
مولفه	سیگار/ng	.../... سیگار/ng

شرکت کنندگان همچنین باید یک نمای کلی از تجهیزات اصلی مورد استفاده در مطالعه (نوع، مدل، سازنده) گزارش کنند. لطفاً برای جزئیات بیشتر به کاربرگ داده مراجعه کنید.

اگر به هر دلیلی از راک یا پروتکل مطالعه انحراف وجود داشت، لطفاً انحراف و دلیل آن را در کاربرگ داده اکسل یادداشت کنید.

۵. جدول زمانی پیش بینی شده

برنامه روش اعتبارسنجی محتوا(ها)	جدول زمانی
ارسال راک، پروتکل مطالعه و فراخوان برای شرکت کنندگان	روز، ماه، سال
دریافت بازخورد نظرات و استعلام مشارکت	روز، ماه، سال
ارسال نمونه برای شرکت کنندگان	روز، ماه، سال
انجام واکافت و گزارش نتایج	روز، ماه، سال
ارزیابی آماری نتایج	روز، ماه، سال
گزارش خلاصه ارزیابی به شرکت کنندگان	روز، ماه، سال
گزارش خلاصه نتایج به مقالات ۹ و ۱۰ گروه کاری	
کاپ (کنفرانس کشورهای متعهد) از طریق ابتکار بدون پس از بحث در جلسه تابلنت	
دخانیات	

2. Parameter

۶. برنامه‌های دود کردن

برنامه‌های دود کردن توصیف شده براساس پنج نمونه مختلف (برند/انواع سیگار) و هفت تکرار در هر نمونه است. اگر تعداد متفاوتی از نمونه‌ها یا تکرارها استفاده می‌شود، پلان‌ها باید براساس آن تنظیم شوند.

۶/۱. رژیم ایزو

جدول ۳: طرح دود کردن برای دستگاه دود کردن دوار (۲۰ نخ سیگار در هر پد فیلتر) (مثال)

روز	اجرا	نمونه	روز	اجرا	نمونه
۱	۱	الف	۵	۲۱	الف
	۲	ب		۲۲	ب
	۳	ج		۲۳	ج
	۴	د		۲۴	د
	۵	هـ		۲۵	هـ
۲	۶	الف	۶	۲۶	الف
	۷	ب		۲۷	ب
	۸	ج		۲۸	ج
	۹	د		۲۹	د
	۱۰	هـ		۳۰	هـ
۳	۱۱	الف	۷	۳۱	الف
	۱۲	ب		۳۲	ب
	۱۳	ج		۳۳	ج
	۱۴	د		۳۴	د
	۱۵	هـ		۳۵	هـ
۴	۱۶	الف			
	۱۷	ب			
	۱۸	ج			
	۱۹	د			
	۲۰	هـ			

توجه: هر پد فیلتر باید به صورت جداگانه با محلول استخراج XX میلی لیتر استخراج شود که بیشتر مورد واکافت قرار خواهد گرفت. یک نتیجه، نتیجه هر پد فیلتر / محلول استخراج جداگانه (۲۰ سیگار) است.

جدول ۴: طرح دود کردن برای دستگاه دود کننده خطی ۲۰ پورت (۵ نخ سیگار در هر پد فیلتر) (مثال)

روز	تعداد پورت																			
	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹	۱۰	۱۱	۱۲	۱۳	۱۴	۱۵	۱۶	۱۷	۱۸	۱۹	۲۰
۱	الف	الف	الف	الف	ب	ب	ب	ب	ج	ج	ج	ج	د	د	د	د	د	هـ	هـ	هـ
۲	د	د	د	د	هـ	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	الف	ب	ب	ب	ب	ج	ج	ج	ج
۳	ب	ب	ب	ب	ج	ج	ج	ج	د	د	د	د	هـ	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	الف
۴	هـ	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	الف	ب	ب	ب	ب	ج	ج	ج	ج	د	د	د	د
۵	ج	ج	ج	ج	د	د	د	د	هـ	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	الف	ب	ب	ب	ب
۶	د	د	د	د	ج	ج	ج	ج	ب	ب	ب	ب	الف	الف	الف	الف	هـ	هـ	هـ	هـ
۷	ج	ج	ج	ج	ب	ب	ب	ب	الف	الف	الف	الف	هـ	هـ	هـ	هـ	د	د	د	د

توجه: چهار پد فیلتر باید با محلول استخراج XX میلی لیتر ترکیب و استخراج شود که بیشتر مورد واکافت قرار خواهد گرفت. یک نتیجه، نتیجه یک محلول استخراج است که مجموعه ای از چهار پد فیلتر را در هر محلول استخراج (۲۰ سیگار) ترکیب می کند.

۶.۲. رژیم شدید

جدول ۵: طرح استعمال دخانیات برای دستگاه دودکش دوار (۱۰ نخ سیگار در هر پد فیلتر) (مثال).

روز	اجرا	نمونه	روز	اجرا	نمونه
۸	۳۶	الف	۱۲	۵۶	الف
	۳۷	ب		۵۷	ب
	۳۸	ج		۵۸	ج
	۳۹	د		۵۹	د
	۴۰	هـ		۶۰	هـ
۹	۴۱	الف	۱۳	۶۱	الف
	۴۲	ب		۶۲	ب
	۴۳	ج		۶۳	ج
	۴۴	د		۶۴	د
	۴۵	هـ		۶۵	هـ
۱۰	۴۶	الف	۱۴	۶۶	الف
	۴۷	ب		۶۷	ب
	۴۸	ج		۶۸	ج
	۴۹	د		۶۹	د
	۵۰	هـ		۷۰	هـ
۱۱	۵۱	الف			
	۵۲	ب			
	۵۳	ج			
	۵۴	د			
	۵۵	هـ			

توجه: هر پد فیلتر باید به صورت جداگانه با محلول استخراج XX میلی لیتر استخراج شود که بیشتر مورد واکافت قرار خواهد گرفت. یک نتیجه میانگین نتیجه دو پد فیلتر / محلول استخراج (۲۰ سیگار) است.

جدول ۶: طرح دود کردن برای دستگاه دود کننده خطی ۲۰ پورت (۳ نخ سیگار در هر پد فیلتر)
(مثال)

روز	اجرا	تعداد پورت																			
		۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹	۱۰	۱۱	۱۲	۱۳	۱۴	۱۵	۱۶	۱۷	۱۸	۱۹	۲۰
۸	۸	الف	الف	الف		ب	ب	ب		ج	ج	ج		د	د	د			هـ	هـ	هـ
	۹			ب	ب	ب	ج	ج	ج	د	د	د	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف			
۹	۱۰	د	د	د		هـ	هـ	هـ		الف	الف	الف		ب	ب	ب			ج	ج	ج
	۱۱			هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	ب	ب	ب	ج	ج	ج	د	د	د			
۱۰	۱۲	ب	ب	ب		ج	ج	ج		د	د	د		هـ	هـ	هـ			الف	الف	الف
	۱۳			ج	ج	ج	د	د	د	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	ب	ب	ب			
۱۱	۱۴	هـ	هـ	هـ		الف	الف	الف		ب	ب	ب		ج	ج	ج			د	د	د
	۱۵			الف	الف	الف	ب	ب	ب	ج	ج	ج	د	د	د	هـ	هـ	هـ			
۱۲	۱۶	ج	ج	ج		د	د	د		هـ	هـ	هـ		الف	الف	الف			ب	ب	ب
	۱۷			د	د	د	هـ	هـ	هـ	الف	الف	الف	ب	ب	ب	ج	ج	ج			
۱۳	۱۸	د	د	د		ج	ج	ج		ب	ب	ب		الف	الف	الف			هـ	هـ	هـ
	۱۹			ج	ج	ج	د	د	د	الف	الف	الف	ج	ج	ج	د	د	د			
۱۴	۲۰	ج	ج	ج		ب	ب	ب		الف	الف	الف		هـ	هـ	هـ			د	د	د
	۲۱			ب	ب	ب	الف	الف	الف	هـ	هـ	هـ	د	د	د	ج	ج	ج			

توجه: سه پد فیلتر با محلول استخراج XX میلی لیتر ترکیب و استخراج می شود که بیشتر مورد واکافت قرار خواهد گرفت.
یک نتیجه میانگین دو مجموعه پد فیلتر / محلول استخراج ترکیبی است (۱۸ سیگار = ۹x۲ سیگار).

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت (تبلنت) (دابلواچ او) به عنوان یک روش انجام کار (راک) استاندارد برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات دخانی تهیه شده است.

شماره: راک ۰۳

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۴



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین نیتروآمین‌های مخصوص تنباکو در دود اصلی سیگار در شرایط ایزو و دود کردن شدید

روش:	تعیین نیتروزامین‌های مخصوص تنباکو در دود اصلی سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید
آنالیت‌ها:	۳- (۱-نیتروزوپیرولیدین-۲-یل) پیریدین (CAS# 16543-55-8) ۴- (متیل نیتروزامینو)-۱- (۳-پیریدیل)-۱- بوتانول (CAS# 64091-91-4) نرمال- نیتروزوآنانابین (CAS# 71267-22-6) نرمال- نیتروزوآنانابازین (CAS# 37620-20-5) ذرات معلق جریان اصلی دود سیگار تنباکو
ماتریس:	ژوئن ۲۰۱۴
آخرین به‌روزرسانی:	

اطلاعات فهرست نویسی در انتشارات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین نیتروآمین های مخصوص تنباکو در دود اصلی سیگار در شرایط ایزو و دود کردن شدید راک ۰۳

۱. نیتروزامین - تجزیه و تحلیل. ۲. تنباکو - شیمی. ۳. دود - تجزیه و تحلیل. ۴. ایمنی محصول مصرف کننده. ۵. آزمایش مواد - روش ها. ا. سازمان جهانی بهداشت.

ISBN 978 92 4 150666 3 (طبقه بندی QV 137: NLM)

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۴

تمامی حقوق محفوظ است. انتشارات سازمان جهانی بهداشت در این سایت در دسترس است وب سایت سازمان جهانی بهداشت www.who.int یا می توانید از WHO Press, سازمان جهانی بهداشت خیابان آپیا ۲۰، ۱۲۱۱ ژنو ۲۷، سوئیتزرلند (تلفن: ۷۹۱ ۳۲۶۴) (۲۲) +۴۱؛ فکس: ۷۹۱ ۴۸۵۷ (۲۲) +۴۱؛ ایمیل: bookorders@who.int خریداری کنید.

درخواست مجوز برای تکثیر یا ترجمه نشریات سازمان جهانی بهداشت - چه برای فروش یا برای توزیع غیر تجاری باید به ادرس WHO Press از طریق وب سایت سازمان جهانی بهداشت به آدرس زیر ارسال شود:

http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html

نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت حقوقی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مقامات آن، یا در مورد تحدید حدود نیست. خطوط نقطه دار روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهند که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه شده اند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

تمام اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت در هیچ موردی مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

شماره: راک ۰۳

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۴

ذکر شرکت‌های خاص یا محصولات تولیدکنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده‌اند تأیید یا توصیه می‌شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می‌شود.

هیچ رژیم دستگاه دودکننده نمی‌تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دودکننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه‌گیری‌های ماشینی به سیگاری‌ها می‌تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده‌های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه‌گیری‌های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده‌ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت‌ها در اندازه‌گیری‌های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۰۳

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۴

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دبلیواچاو) به عنوان یک روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری نیتروزامین های خاص تنباکو (تی اس ان ای ها) در جریان اصلی دود سیگار تحت سازمان بین المللی استانداردسازی (ایزو) و شرایط دود کردن شدید تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماعی برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضای کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، گروه کاری مواد ۹ و ۱۰ محتویات زیر را مشخص کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید به عنوان اولویت تأیید شوند:

• نیکوتین

• آمونیاک

• پروپیلن گلیکول (پروپان-۲،۱-دیول)

• گلیسرول (پروپان-۳،۲،۱-تریول)

• تری اتیلن گلیکول (۲،۲-اتیلن دی اکسی بیس (اتانول)).

اندازه‌گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مرطوب کننده‌ها.

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه موادممتشره زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید به عنوان اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴- (متیل نیتروزامینو)-۱- (۳-پیریدیل)-۱- بوتانون (انان کی)

• نرمال-نیتروسونورنیکوتین (انان ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکروئین)

• بنزن

• بنزو[a]پیرن

• ۱،۳-بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم تأیید اعتبار پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های مخصوص تنباکو (انان کی) و (انان ان)، یکی برای بنزو [a]پیرن، دیگری برای آلدهیدها (استالدهید، آکروئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳-بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های تست ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (mL)	بسامد پک	دریچه‌های فیلتر هوا
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ دستگاه دودکننده تحلیلی معمول - تعاریف و شرایط استاندارد	۳۵	یک بار در هر ۶۰ ثانیه	بدون تغییر
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است	۵۵	یک بار در هر ۳۰ ثانیه	همان‌طور که در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت توضیح داده شده است، تمام سوراخ‌های تهویه باید ۱۰۰ درصد مسدود شوند.

این راک برای توصیف دستورالعمل تعیین تی اس ان ای ها در دود اصلی سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید آماده شده است.

۳۷. محدوده

۳۷، ۱. این دستورالعمل برای تعیین کمی چهار تی اس ان ای زیر در دود اصلی سیگار نامناسب است: ۱-۳-۱- نیتروزوپرویلیدین-۲-ایل) پیریدین (ان ان ان)، ۴- (متیل نیتروز آمینو)-۱-۳-پیریدیل)-۱- بوتانول ان ای تی (ان ان کی)) و نرمال-نیتروزو آنا بازین (ان ای بی) توسط کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا ترکیبی از طیف سنجی جرمی پشت سر هم (HPLC-MS-MS).

توجه: کنفرانس طرفین توصیه کرد که فقط ان ان ان و ان ان کی اندازه گیری شوند. اطلاعات مربوط به تجزیه و تحلیل ان ای تی و ان ای بی برای آزمایشگاه هایی که این اندازه گیری ها را انجام می دهند گنجانده شده است.

۳۷، ۲. ان ان ان و ان ان کی سرطان زاهای قوی هستند. ان ای بی سرطان زا ضعیف تری است، در حالی که ان ای تی سرطان زا نیست. ان ان ان و ان ان کی در اصل در برگ های تنباکو وجود ندارند، اما از نیتروزاسیون نیکوتین در طول پخت و نگهداری تنباکو تشکیل می شوند. ان ای بی از نیتروزاسیون آنا بازین و ان ای تی از نیتروزاسیون آنا تبین تشکیل می شود. پس از جذب در بدن، ان ان ان و ان ان کی می توانند به ترکیباتی هیدروکسیله شوند که ترکیبات افزایشی با هموگلوبین یا دی ان ای تشکیل می دهند.

۳۸. منابع

- ۳۸، ۱. ایزو ۳۴۰۲: تنباکو و فرآورده های تنباکو - جوی برای آماده سازی و سنجش.
- ۳۸، ۲. ایزو ۴۳۸۷: سیگار - تعیین ذرات خشک کل و بدون نیکوتین با استفاده از یک دستگاه دود کننده تحلیلی معمولی.
- ۳۸، ۳. سازمان جهانی بهداشت. روش عمل استاندارد برای دود کردن شدید سیگار. ژنو، شبکه آزمایشگاهی تنباکو (راک ۰۱ تلبنت دابلوچا).
- ۳۸، ۴. ایزو ۳۳۰۸: دستگاه تحلیلی معمول دود کردن - تعاریف و شرایط استاندارد
- ۳۸، ۵. ایزو ۸۲۴۳: سیگار - نمونه برداری
- ۳۸، ۶. دفتر مبارزه با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد. دستورالعمل نمونه برداری دارویی نماینده وین، بخش آزمایشگاهی و علمی، ۲۰۰۹

(http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf)

۳۸,۷. سازمان جهانی بهداشت. رویه عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو. ژنو، شبکه آزمایشگاهی تنباکو (راک ۰۲ تابلنت دابلواچ او).

۳۸,۸. سازمان جهانی بهداشت. گزارش اعتبارسنجی روش دستورالعمل رسمی سازمان جهانی بهداشت تابلنت: تعیین نیتروزامین‌های مخصوص تنباکو در دود اصلی سیگار تحت شرایط دود کردن ایزو و شدید. ژنو، شبکه آزمایشگاهی تنباکو، آماده ارائه دادن.

۳۸,۹. ایزو ۵۷۲۵-۱. دقت (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۱: اصول و تعاریف کلی

۳۸,۱۰. ایزو ۵۷۲۳-۲. دقت (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرارپذیری و تکرارپذیری یک دستورالعمل اندازه‌گیری استاندارد.

۳۹. اصطلاحات و تعاریف

۳۹,۱. TPM: کل ذرات معلق.

۳۹,۲. TSNA: نیتروزامین‌های مخصوص تنباکو

۳۹,۳. NNN ۳- (۱- نیتروزیپرویلیدین-۲- ایل) پیریدین

۳۹,۴. NNK ۴- (متیل نیتروزامین)-۱- (۳- پیریدیل)-۱- بوتانون

۳۹,۵. NAT: نرمال- نیتروزیوآنا تائین

۳۹,۶. NAB: نرمال- نیتروزیوآنا بازین

۳۹,۷. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده‌اند و برای استفاده در سیگار کشیدن، مکیدن، جویدن یا دمیدن استفاده می‌شوند. (ماده ۱ اف سی تی سی (اف) سازمان جهانی بهداشت)

۳۹,۸. رژیم شدید: پارامترهایی برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵ میلی لیتری، فاصله پک ۳۰ ثانیه، مدت پک ۲ ثانیه و مسدود کردن ۱۰۰ درصد سوراخ‌های تهویه فیلتر می‌شود.

۳۹,۹. رژیم ایزو: پارامترهایی برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵ میلی لیتری، فاصله پک ۶۰ ثانیه، مدت پک ۲ ثانیه و عدم مسدود شدن سوراخ‌های تهویه فیلتر است.

۳۹,۱۰. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای آزمایش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۳۹,۱۱. نمونه سنجش: محصول مورد سنجش که به صورت تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود.

۳۹,۱۲. بخش سنجش: بخش تصادفی از نمونه آزمایشی که برای یک تعیین واحد استفاده می شود.

۴۰. خلاصه روش اجرایی

۴۰,۱. دود اصلی از نمونه سنجش سیگار بر روی یک پد فیلتر فیبر شیشه‌ای (که معمولاً به عنوان پد فیلتر کمبریج شناخته می شود) به دام می افتد.

۴۰,۲. ممکن است برای جلوگیری از نشست در پد فیلتر، تعداد سیگارها باید تنظیم شود. اگر کل ذرات معلق از ۶۰۰ میلی گرم برای فیلتر ۹۲ میلی متری یا ۱۵۰ میلی گرم برای پد فیلتر ۴۴ میلی متری بیشتر شود، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد باید کاهش یابد.

۴۰,۳. محلولی حاوی مخلوطی از دو (یا چهار) استانداردهای داخلی برچسب گذاری شده با ایزوتوپ، بر روی پد ریخته می شود که با استات آمونیوم استخراج می شود.

۴۰,۴. عصاره فیلتر شده و توسط کروماتوگرافی مایع (عملکرد بالا) - به همراه طیف سنجی جرمی (HPLC-MS-MS) با یونیزاسیون الکترواسپری آنالیز می شود. یون‌های آنالیت در حالت MS-MS شناسایی می شوند.

۴۰,۵. نسبت مساحت پیک کروماتوگرام یونی بازسازی شده آنالیت بومی به استاندارد داخلی نشان‌دار شده بر روی یک منحنی کالیبراسیون ایجاد شده توسط تجزیه و تحلیل استانداردها با غلظت‌های شناخته شده تی اس ان ای ها برای تعیین محتوای تی اس ان ای هر بخش آزمایش مقایسه می شود.

۴۱. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

احتیاط: نیتروزامین‌ها سرطان‌زاهای قوی هستند. برای جلوگیری از قرار گرفتن در معرض انسان باید اقدامات احتیاطی انجام شود.

نیتروزامین‌ها و محلول‌های آن‌ها باید در یک هود بخار، جعبه دستکش یا مشابیه با تهویه مناسب نگهداری شوند.

آزمایشگاه باید رویه‌هایی را برای دفع محلول‌های حاوی نیتروزامین ایجاد کند.

۴۱,۱. اقدامات پیشگیرانه ایمنی و زیست محیطی را مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی انجام دهید.

۴۱,۲. آزمایش و ارزیابی برخی محصولات با این روش آزمایش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن نمی پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می کنند، مسئولیت دارند که با مقامات مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را در ارتباط با هر گونه الزامات مقررا قبل اجرا موجود قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۴۱,۳. برای جلوگیری از استنشاق یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق‌نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج شده یا نمونه‌های جمع‌آوری شده از یک هود بخارات شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۴۲. دستگاه‌ها و تجهیزات

دستگاه‌های معمول آزمایشگاهی، به ویژه:

- ۴۲,۱. تجهیزات مورد نیاز برای آماده‌سازی به سیگار طبق استاندارد ایزو ۳۴۰۲ [۲.۱]
- ۴۲,۲. تجهیزات مورد نیاز برای علامت‌گذاری ته سیگار همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] توضیح داده شده.
- ۴۲,۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشش سوراخ‌های تهویه فیلتر برای رژیم شدید همان‌طور که در راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] مشخص شده است.
- ۴۲,۴. تجهیزات مورد نیاز برای انجام عمل دود کردن محصولات دخانی همان‌طور که در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۴] مشخص شده است.
- ۴۲,۵. ترازوی تحلیلی با قابلیت اندازه‌گیری حداقل تا چهار رقم اعشار
- ۴۲,۶. گردابه‌ساز، لرزاننده مچ دست یا معادل آن
- ۴۲,۷. پیست‌ها و نوک‌هایی که قادر به توزیع دقیق حجم ۱۰۰-۱۰۰۰ میکرولیتر هستند
- ۴۲,۸. پیست (های) حجمی یا معادل آن، ۲ میلی‌لیتر
- ۴۲,۹. سیلندر مدرج شیشه‌ای، ۲۵ میلی‌لیتر و ۲ لیتر
- ۴۲,۱۰. سپتا با پوشش تفلون یا معادل آن
- ۴۲,۱۱. فلاسک‌های حجمی، ۱۰ میلی‌لیتر، ۵۰ میلی‌لیتر، ۱۰۰ میلی‌لیتر، ۲۰۰ میلی‌لیتر، ۱ لیتر و ۲ لیتر
- ۴۲,۱۲. بطری شیشه‌ای کهربایی، ۶۰ میلی‌لیتر، ۱ لیتر، یا فلاسک‌های مناسب
- ۴۲,۱۳. فیلترهای سرنگ نایلونی ۲۵ میلی‌متر در ۰.۴۵ میکرومتری یا معادل آن
- ۴۲,۱۴. سرنگ ۵ میلی‌لیتری یا معادل آن
- ۴۲,۱۵. فیلترهای غشایی نایلونی ۴۷ میلی‌متر در ۰.۴۵ میکرومتری یا معادل آن

- ۴۲، ۱۶. پیت‌های انتقال شیشه‌ای یا معادل آن
- ۴۲، ۱۷. ویال‌های نمونه‌گیری خودکار، ۲ میلی‌لیتر یا معادل آن
- ۴۲، ۱۸. سیستم HPLC متصل به MS-MS
- ۴۲، ۱۹. MS-MS طیف‌سنج جرمی چهار قطبی سه گانه
- ۴۲، ۲۰. ستون HPLC قادر به جداسازی مجزای قله‌های تی‌اس‌ان‌ای و تی‌اس‌ان‌ای برچسب شده ایزوتوپی از سایر اجزای انتشار سیگار، به عنوان مثال Agilent Zorbax Eclipse XDB-C18 (۲.۱ در ۱۵۰ میلی‌متر، اندازه ذرات ۳.۵ میکرومتر)
- ۴۲، ۲۱. ستون محافظ Opti-Guard RP C18 یا معادل مناسب (اختیاری).

۴۳. معرف‌ها و لوازم

همه معرف‌ها باید حداقل دارای درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت (CAS) Chemical Abstract Service شناسایی می‌شوند.

- ۴۳، ۱. ۳- (۱- نیتروزوپرویلیدین -۲- ایل) پیریدین (NNN) [۸-۵۵-۱۶۵۴۳]
- ۴۳، ۲. ۳- (۱- نیتروزوپرویلیدین -۲- ایل) پیریدین (NNN-d4) نشان‌دار شده با دوتریوم
- ۴۳، ۳. ۴- (متیل نیتروزامین) -۱- (۳- پیریدیل) -۱- بوتانون (NNK) [۴-۹۱-۶۴۰۹۱]
- ۴۳، ۴. ۴- (متیل نیتروزامین) -۱- (۳- پیریدیل) -۱- بوتانون (NNK-d4) نشان‌دار شده با دوتریوم
- ۴۳، ۵. نرمال- نیتروزوآنتابین (NAT) [۶-۲۲-۷۱۲۶۷]
- ۴۳، ۶. نرمال- نیتروزوآنتابین نشان‌دار شده با دوتریوم (NAT-d4)
- ۴۳، ۷. نرمال- نیتروزوآنا بازین (NAB) [۵-۲۰-۳۷۶۲۰]
- ۴۳، ۸. نرمال- نیتروزوآنا بازین نشان‌دار شده با دوتریوم (NAB-d4)
- ۴۳، ۹. آمونیوم استات، درجه HPLC [۸-۶۱-۶۳۱]
- ۴۳، ۱۰. استیک اسید یخبندان [۷-۱۹-۶۴]
- ۴۳، ۱۱. آب نوع یک [۵-۱۸-۷۷۳۲]، آب دیونیزه یا معادل آن

۴۳، ۱۲. استونیتریل، درجه HPLC [۷۵-۰۵-۸]

۴۳، ۱۳. متانول، درجه HPLC [۶۷-۵۶-۱]

۴۴. تهیه ظروف شیشه‌ای

ظروف شیشه‌ای را به گونه‌ای تمیز و خشک کنید تا هیچ آلودگی‌ای در آن باقی نماند.

۴۵. آماده‌سازی محلول‌ها

روش تهیه محلول‌های شرح داده شده در زیر برای هدف مرجع است و در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۴۵، ۱. استات آمونیوم (۱۰۰ میلی مول در لیتر): محلول استخراج شده

۴۵، ۱، ۱. تقریباً ۷.۷ گرم استات آمونیوم وزن کنید.

۴۵، ۱، ۲. استات آمونیوم اندازه‌گیری شده را در یک بالن حجمی ۱ لیتری یا بالن مناسب دیگر (مثلاً بشر) در آب حل کنید.

۴۵، ۱، ۳. درپوش را محکم ببندید و محتویات را تکان دهید تا از مخلوط شدن کامل اطمینان حاصل کنید.

۴۵، ۱، ۴. به یک بطری شیشه‌ای ۱-Lamber منتقل کنید و در دمای ۴ تا ۱۰ درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

۴۵، ۲. فاز سیار الف ((۰.۱ درصد اسید استیک در آب (v/v))

۴۵، ۲، ۱. تقریباً ۱.۴ لیتر آب را به یک بالن حجمی ۲ لیتری یا بالن مناسب دیگر (مثلاً بشر) منتقل کنید.

۴۵، ۲، ۲. به میزان ۲ میلی لیتر اسید استیک یخ‌بندان را به داخل فلاسک پیپت کنید.

۴۵، ۲، ۳. مخلوط کنید و آب را به حجم اضافه کنید.

۴۵، ۲، ۴. محلول را درپوش بگذارید و مخلوط کنید و در دمای ۴ تا ۱۰ درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

۴۵، ۳. فاز سیار ب ((۰.۱ درصد اسید استیک در متانول (v/v))

۴۵، ۳، ۱. تقریباً ۱.۴ لیتر متانول را به یک بالن حجمی ۲ لیتری یا بالن مناسب دیگر (مثلاً بشر) منتقل کنید.

۴۵، ۳، ۲. به میزان ۲ میلی لیتر اسید استیک یخ‌بندان را داخل فلاسک پیپت کنید.

۴۵، ۳، ۳. مخلوط کنید و متانول را به حجم اضافه کنید.

۴۵، ۳، ۴. محلول را درپوش گذاشته و مخلوط کنید و در دمای ۴ تا ۱۰ درجه سانتی گراد نگهداری کنید

۴۶. آماده‌سازی استانداردها

روش تهیه محلول‌های استاندارد که در زیر توضیح داده شده است برای مقاصد مرجع است و در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۴۶،۱. استانداردهای داخلی با برچسب ایزوتوپ

۴۶،۱،۱. موجودی ذخایر استاندارد داخلی تی‌اس‌ان‌ای (۰.۴ میلی گرم در میلی لیتر)

۴۶،۱،۱،۱. تقریباً ۴ میلی گرم (MIS) از هر تی‌اس‌ان‌ای برچسب‌گذاری شده با ایزوتوپ را در فلاسک‌های حجمی جداگانه ۱۰ میلی لیتری روی یک ترازو چهار اعشاری وزن کنید و وزن را با دقت ۰.۱ میلی گرم ثبت کنید.

۴۶،۱،۱،۲. هر یک از استانداردهای داخلی اندازه‌گیری شده تی‌اس‌ان‌ای را در ۱۰ میلی لیتر استونیتریل حل کرده و خوب مخلوط کنید.

۴۶،۱،۱،۳. برچسب بزنید و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد در ویال‌های کهربایی نگهداری کنید. محلول به مدت ۲ سال پایدار است.

۴۶،۱،۲. محلول استاندارد داخلی مخلوط تی‌اس‌ان‌ای (۵ میکروگرم بر میلی لیتر)

۴۶،۱،۲،۱. مقدار ۱.۲۵ میلی لیتر (VIS) از هر موجودی ذخیره استاندارد داخلی از ۱۰.۱.۱ به یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری پیت کنید.

۴۶،۱،۲،۲. با ۱۰۰ میلی مول در لیتر استات آمونیوم رقیق کنید و خوب مخلوط کنید.

۴۶،۱،۲،۳. برچسب بزنید و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد در ویال‌های کهربایی نگهداری کنید. محلول به مدت ۲ هفته پایدار است.

۴۶،۲. استانداردهای بومی

محلول‌های موجودی ذخیره استاندارد منفرد در استونیتریل تهیه شده و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد نگهداری می‌شوند. محلول‌های استاندارد مخلوط متوسط از موجودی ذخایر استاندارد منفرد ساخته می‌شوند.

۴۶،۲،۱. محلول استاندارد تی‌اس‌ان‌ای (۰.۴ میلی گرم در میلی لیتر)

۴۶،۲،۱،۱. تقریباً ۴ میلی گرم (MIS) از هر یک از چهار تی‌اس‌ان‌ای را روی یک ترازوی تحلیلی چهار اعشاری وزن کنید و وزن را ثبت کنید.

۴۶،۲،۱،۲. هر یک از استانداردهای اندازه گیری شده تی اس ان ای را در تقریباً ۸ میلی لیتر استونیتریل در یک فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری حل کنید.

۴۶،۲،۱،۳. با استونیتریل تا جایی که مشخص شده پر کنید و خوب مخلوط کنید.

۴۶،۲،۱،۴. برچسب بزنید و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد در ویال های کهربایی نگهداری کنید. محلول به مدت ۲ سال پایدار است.

۴۶،۲،۲. محلول استاندارد مخلوط متوسط تی اس ان ای (یک میکرو گرم در میلی لیتر)

۴۶،۲،۲،۱. به میزان ۲۵ میکرو لیتر (VSS) از هر یک از چهار ذخیره استاندارد از ۱۰.۲.۱ را در یک فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری پیپت کنید.

۴۶،۲،۲،۲. با ۱۰۰ میلی مول در لیتر استات آمونیوم رقیق کنید و خوب مخلوط کنید.

۴۶،۲،۲،۳. برچسب بزنید و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد در ویال کهربایی نگهداری کنید. محلول به مدت ۲ هفته پایدار است.

۴۶،۲،۳. محلول های استاندارد مخلوط نهایی تی اس ان ای

۴۶،۲،۳،۱. محلول های استاندارد نهایی را مطابق جدول ۱ زیر تهیه کنید.

۴۶،۲،۳،۲. حجم های متغیر محلول استاندارد مخلوط متوسط (۱۰.۲.۲) را در یک فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری بریزید.

۴۶،۲،۳،۳. به میزان ۱۰۰ میکرو لیتر از محلول استاندارد داخلی (۱۰.۱.۲) اضافه کنید، با ۱۰۰ میلی مول در لیتر استات آمونیوم تا نقطه علامت پر کنید و خوب مخلوط کنید.

۴۶،۲،۳،۴. غلظت نهایی استانداردهای داخلی را می توان از موارد زیر تعیین کرد:

$$(IS) \text{ (ng/ml)} = \frac{m_{IS}}{10} \times \frac{V_{IS}}{100} \times \frac{1}{10} \times 10^6$$

که در آن:

m_{IS} وزن اصلی استاندارد داخلی (بر حسب میلی گرم) تعیین شده در بند ۱۰.۱.۱.۱ است.

V_{IS} حجم محلول استاندارد داخلی مخلوط (به میلی لیتر) است که در بند ۱۰.۱.۲.۱ پیپت شده است.

نکته: 10^2 عامل تبدیل mg به ng است

۴۶،۲،۳،۵. غلظت نهایی استانداردها از موارد زیر تعیین می شود:

$$\text{غلظت نهایی (ng/ml)} = \frac{m_s}{10} \times \frac{V_{ss}}{10} \times \frac{V_{MIX}}{10} \times 10^6$$

که در آن:

m_s وزن اصلی (بر حسب میلی گرم) استاندارد تعیین شده در بند ۱۰.۲.۱.۱ است.

V_{ss} حجم محلول استاندارد مخلوط (در میلی لیتر) است که در ۱۰.۲.۲.۱ پیپت شده است.

V_{MIX} حجم محلول استاندارد مخلوط (بر حسب میلی لیتر) است که در جدول ۱ نشان داده شده است

۴۶،۲،۳،۶. ممکن است برای گسترش دامنه کالیبراسیون برای پوشش محصولات با سطوح بالای

تی اس ان ای، به غلظت های بیشتر و بالاتر استاندارد نیاز باشد.

جدول ۱. استانداردهای کالیبراسیون تی اس ان ای

استاندارد	حجم محلول استاندارد مخلوط متوسط تی اس ان ای ($1\mu\text{g/mL}$) (mL) (V_{MIX})	حجم محلول استاندارد داخلی مخلوط تی اس ان ای (mL) (V_{IS})	حجم کل (mL)	غلظت تقریبی هر تی اس ان ای در مخلوط نهایی محلول استاندارد (ng/mL)
۱	۰.۰۰۵	۰.۱۰۰	۱۰	۰.۵
۲	۰.۰۱۰	۰.۱۰۰	۱۰	۱.۰
۳	۰.۰۲۰	۰.۱۰۰	۱۰	۲.۰
۴	۰.۰۵۰	۰.۱۰۰	۱۰	۵.۰
۵	۰.۲۰۰	۰.۱۰۰	۱۰	۲۰.۰
۶	۰.۵۰۰	۰.۱۰۰	۱۰	۵۰.۰
۷	۱.۰۰۰	۰.۱۰۰	۱۰	۱۰۰.۰
۸	۲.۰۰۰	۰.۱۰۰	۱۰	۲۰۰.۰

محدوده محلول های استاندارد بسته به تجهیزات مورد استفاده و نمونه های مورد آزمایش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی بر حساسیت روش ممکن است تنظیم شود.

تمام حلال ها و محلول ها باید قبل از استفاده در دمای اتاق تنظیم شوند.

۴۷. نمونه‌گیری

۴۷، ۱. سیگارهای نمونه بر اساس ایزو ۸۲۴۵ [۲.۵] یا رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده مطابق با رویه آزمایشگاهی منحصر بفرد یا در مواقعی که طبق مقررات خاص یا در دسترس بودن نمونه‌ها لازم باشد، استفاده شود.

۴۷، ۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۴۷، ۲، ۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت نیاز به واحدهای جداگانه (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) تقسیم کنید.

۴۷، ۲، ۲. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل $n \sqrt{2.6}$ [۲.۶] از واحدهای منفرد (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) بگیرید.

۴۸. آماده‌سازی سیگار

۴۸، ۱. همه سیگارها را مطابق با ایزو ۳۴۰۲ [۲.۱] برای دودشدن آماده کنید.

۴۸، ۲. سیگارها را مطابق با ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] و راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] در طول ته سیگار علامت‌گذاری کنید.

۴۸، ۳. نمونه‌های آزمایشی را برای دودکردن مطابق با شرایط دودکردن ایزو یا شدید همان‌طور که در راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است، آماده کنید.

۴۹. آماده‌سازی ماشین دودکننده

۴۹، ۱. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دودکردن در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۴] مشخص شده است.

۴۹، ۲. مشخصات دستگاه دودکننده

از مشخصات دستگاه دودکننده ایزو ۳۳۰۸ [۲.۴] پیروی کنید، به جز برای دودکردن شدید، که دستگاه دودکننده باید همان‌طور که در راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] توضیح داده شده است، آماده شود.

۵۰. تولید نمونه

تعداد کافی سیگار را روی دستگاه دود کننده مشخص شده دود کنید به اندازه‌ای که نشأت (پریک ثرو) رخ ندهد و غلظت انسانان، انسان کی، انای تی و انای بی در محدوده کالیبراسیون آماده شده برای تجزیه و تحلیل قرار گیرد.

۵۰،۱. نمونه‌های آزمایش سیگار را دود کنید و کل ذرات معلق را جمع‌آوری کنید، همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] یا در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است.

۵۰،۲. حداقل یک نمونه آزمایش مرجع برای کنترل کیفیت، در صورت امکان قرار دهید.

۵۰،۳. هنگام آزمایش انواع نمونه برای اولین بار، میزان نشأت فیلتر باید ارزیابی شود. ممکن است لازم باشد تعداد سیگارها برای جلوگیری از نشأت پد فیلتر تنظیم شود. اگر کل ذرات معلق از ۶۰۰ میلی گرم برای فیلتر ۹۲ میلی متری یا ۱۵۰ میلی گرم برای پد فیلتر ۴۴ میلی متری بیشتر شود، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد باید کاهش یابد.

۵۰،۴. تعداد سیگارهایی که باید به ازای هر نتیجه دود شوند برای ماشین‌های دود کننده خطی و دوار در رژیم‌های دود کردن ایزو و شدید در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲. تعداد سیگارهایی که باید برای یک اندازه‌گیری در ماشین‌های دود کننده خطی و دوار دود شوند.

	رژیم دود کردن ایزو		رژیم دود کردن شدید	
	خطی	دوار	خطی	دوار
تعداد سیگارها به ازای پد	۵	۲۰	۳	۱۰
تعداد پدها به ازای نتیجه	۴	۱	۷	۲

۵۰،۵. تعداد سیگار و کل پک‌ها را برای هر تله دود، از جمله پاک کردن پک‌ها، یادداشت کنید.

۵۰،۶. پس از دود کردن تعداد مورد نیاز نمونه آزمایشی، پنج پک پاک‌سازی انجام دهید و نگهدارنده پد را از دستگاه دود کننده خارج کنید.

۵۱. آماده‌سازی نمونه

۵۱،۱. استخراج پد فیلتر

۵۱،۱،۱. پدها را از نگهدارنده‌ها جدا کنید. هر پد را از وسط به طور آزادانه تا کنید، و سپس دوباره به نصف تا کنید، به طوری که کل ذرات معلق در داخل قرار گیرد. از سمت مخالف جایی که کل ذرات معلق جمع‌آوری می‌شود، برای پاک کردن سطح داخلی نگهدارنده پد استفاده کنید، به این صورت هر گونه ذرات موجود در نگهدارنده در بر گرفته می‌شود. هر پد فیلتر را در یک بطری کهربایی ۶۰ میلی‌لیتری یا معادل آن قرار دهید.

۵۱،۱،۲. هر پد را با محلول استاندارد داخلی مخلوط تی‌اس‌ان‌ای (۱۰.۱.۲) حاوی تی‌اس‌ان‌ای دارای برچسب ایزوتوبی (۲۰۰ میکرولیتر برای یک پد ۴۴ میلی‌متری، ۵۰۰ میکرولیتر برای یک پد ۹۲ میلی‌متری) اسپایک کنید.

۵۱،۱،۳. محلول استخراج ۱۰۰ میلی‌مول در لیتر استات آمونیوم آبی (۲۰ میلی‌لیتر برای پدهای ۴۴ میلی‌متری، ۵۰ میلی‌لیتر برای پدهای ۹۲ میلی‌متری) را در بطری کهربایی پیپت کنید.

۵۱،۱،۴. با استفاده از یک تکان‌دهنده مچی یا دایره‌ای یا دستگاه مشابه، تی‌اس‌ان‌ای‌ها را با تکان دادن با ۲۵۰ دور در دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه از پد خارج کنید.

۵۱،۱،۵. مقدار کمی (مثلاً ۱-۲ میلی‌لیتر) از عصاره را بردارید، مقدار کمی را با فیلتر غشایی حداکثر ۰.۴۵ میکرومتر فیلتر کنید و در ویال نمونه‌برداری خودکار قرار دهید.

۵۲. تجزیه و تحلیل نمونه

این روش برای کمی سازی تی اس ان ای در جریان اصلی دود سیگار شامل HPLC همراه با طیف سنج جرمی چهار قطبی سه گانه است. آنالیت ها از سایر مواد تداخل کننده بالقوه در یک ستون HPLC جدا می شوند. گزینش پذیری بیشتر با استفاده از یک طیف سنج جرمی چهار قطبی سه گانه با یونیزاسیون الکترواسپری، در حالت MS-MS به دست می آید. از مقایسه نسبت مساحت (منطقه آنالیت بومی به ناحیه آنالیت نشان دار شده با ایزوتوپ) مجهولات با نسبت مساحت (منطقه آنالیت بومی به ناحیه آنالیت برچسب دار با ایزوتوپ) غلظت های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت های منفرد به دست می آید.

۵۲،۱. HPLC و شرایط عملیاتی طیف سنج جرمی

شرایط عملیات HPLC: مثال

ستون HPLC: Agilent Zorbax Eclipse XDB-C18 (۲.۱ × ۱۵۰ میلی متر، اندازه ذرات ۳.۵ میکرومتر) یا معادل آن

حجم تزریق: ۵ میکرولیتر

دمای کوره ستونی: 40 ± 1 درجه سانتی گراد (در صورت لزوم مطابق با ستون مورد استفاده تغییر دهید).

گاززدا: روشن

جریان پمپ باینری: ۰.۲ میلی لیتر در دقیقه

فاز سیار A: ۰/۱ درصد اسید استیک در آب

فاز سیار B: ۰/۱ درصد اسید استیک در متانول

گرادیان: در جدول ۳ نشان داده شده است.

کل زمان آنالیز: ۱۲ دقیقه

جدول ۳. گرادیان های HPLC برای جداسازی تی اس ان ای

زمان (دقیقه)	جریان (میکرولیتر بر دقیقه)	فاز سیار A (درصد)	فاز سیار B (درصد)
۵۰	۵۰	۲۰۰	۰
۹۰	۱۰	۲۰۰	۳.۰
۱۰۰	۰	۲۰۰	۴.۰
۱۰۰	۰	۲۰۰	۵.۰
۵۰	۵۰	۲۰۰	۵.۵
۵۰	۵۰	۲۰۰	۱۲.۰

شرایط عملیاتی طیف سنج جرمی

زمان ماند: ۴۰ میلی ثانیه

یونیزاسیون / حالت: منبع یونیزاسیون الکترواسپری / حالت یون مثبت

ولتاژ یون اسپری: ۱۵۰۰ ولت

دمای توربو یون اسپری: ۴۵۰ درجه سانتی گراد

گاز حائل: نیتروژن

گاز تفکیک ناشی از برخورد: نیتروژن

گاز نبولایزر: نیتروژن

توجه: ممکن است لازم باشد پارامترهای عملیاتی بسته به شرایط ابزار و ستون و وضوح پیک‌های کروماتوگرافی، تنظیم شوند.

کمی سازی و تأیید انتقال یون برای انانان، انان کی، انای تی و انای بی در جدول ۴ نشان داده شده است.

جدول ۴. جفت یون‌های کمی و تأیید برای هر تی اس ان ای

جفت یون Q1/Q3 (m/z)	آنالیت
۱۷۸/۱۴۸	NNN: کمی
۱۷۸/۱۲۰	NNN: تأیید
۱۸۲/۱۵۲	NNN-d ₄
۱۲۲/۲۰۸	NNK: کمی
۲۰۸/۱۰۶	NNK: تأیید
۲۱۲/۱۲۶	NNK-d ₄
۱۹۰/۱۶۰	NAT: کمی
۱۹۰/۱۰۶	NAT: تأیید
۱۹۴/۱۶۴	NAT-d ₄
۱۹۲/۱۶۲	NAB: کمی
۱۹۲/۱۳۳	NAB: تأیید
۱۹۶/۱۶۶	NAB-d ₄

توجه: نسبت یون تأیید می تواند راهنمای مفیدی برای تعیین یکپارچگی آنالیت تنها باشد.

۵۲,۲. زمان‌های ماند مورد انتظار

۵۲،۲،۱. برای شرایطی که در اینجا توضیح داده شده است، توالی مورد انتظار شستشو NNN،NNN-d4،NNK، NAT،NNK-d4،NAT-d4،NAB،NAB-d4 خواهد بود.

۵۲،۲،۲. به عنوان مثال می‌توان انتظار داشت که تفاوت در سرعت جریان، غلظت فاز متحرک و سن ستون، زمان ماند را تغییر دهد.

۵۲،۳. تعیین تی‌اس‌ان‌ای‌ها

توالی تعیین مطابق با عملکرد هر آزمایشگاه خواهد بود. این بخش نمونه‌ای از یک توالی تعیین برای تی‌اس‌ان‌ای‌ها را نشان می‌دهد.

۵۲،۳،۱. یک محلول بلانک (محلول استخراج منهای استاندارد(های) داخلی برچسب دار) را برای بررسی هرگونه آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.

۵۲،۳،۲. محلول بلانک (بلانک با استاندارد(های) داخلی برچسب دار) را برای تأیید عملکرد سیستم HPLC-MS MS تزریق کنید.

۵۲،۳،۳. استانداردهای کالیبراسیون، کنترل کیفیت و نمونه‌ها را تزریق کنید.

۵۲،۳،۴. نواحی پیک هر تی‌اس‌ان‌ای و استاندارد(های) داخلی را ثبت کنید.

۵۲،۳،۵. نسبت پاسخ نسبی (RF) قله، به قله استاندارد داخلی ($RF = ATSNA / AIS$) را برای هر یک از راه حل‌های استاندارد مؤلفه برای هر تی‌اس‌ان‌ای، از جمله بلانک‌های استاندارد، محاسبه کنید.

۵۲،۳،۶. نمودار غلظت هر تی‌اس‌ان‌ای (محور X) را مطابق با نسبت‌های مساحت (محور Y) رسم کنید.

۵۲،۳،۷. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی‌داری با صفر داشته باشد.

۵۲،۳،۸. منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد خطی باشد.

۵۲،۳،۹. رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید، و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید. اگر رگرسیون خطی R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر یک نقطه کالیبراسیون مشخص بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، نقطه باید حذف شود.

۵۲،۳،۱۰. کنترل‌های کیفی و نمونه‌ها را تزریق کنید و مناطق قله را با نرم‌افزار مناسب تعیین کنید.

۵۲,۳,۱۱. نسبت قله به دست آمده برای تمام بخش‌های آزمایش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرد. در غیر این صورت، غلظت محلول‌های استاندارد یا بخش‌های آزمایشی باید انطباق داده شود.

برای کروماتوگرام‌های نماینده به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۵۳. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

شیب و فاصله از پاسخ‌های نسبی آنالیت و استاندارد برچسب‌گذاری شده در مقابل غلظت نسبی آنالیت و استاندارد برچسب‌گذاری شده تعیین می‌شود.

۵۳,۱. نسبت پاسخ نسبی را از مناطق قله برای هر یک از تی‌اس‌ان‌ای برای هر یک از استانداردهای کالیبراسیون محاسبه کنید (۱۰.۲.۳):

$$RF = \frac{A_a}{A_{IS}}$$

که در آن:

RF نسبت پاسخ نسبی است.

A_a مساحت آنالیت هدف است.

A_{IS} مساحت استاندارد داخلی مربوطه است.

نموداری از ضریب پاسخ نسبی، A_a / A_{IS} ، (محور Y) در مقابل غلظت (محور X) برای هر تی‌اس‌ان‌ای رسم کنید. به معادله رگرسیون خطی ($Y = a + bX$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از هر دو شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید.

۵۳,۲. منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد خطی باشد.

۵۳,۳. محتوای M_{ts} یک تی‌اس‌ان‌ای مشخص از آنالیت هدف (سیگار/ng) از نسبت پاسخ نسبی محاسبه شده برای بخش آزمایش، شیب و برش به دست آمده از منحنی کالیبراسیون مناسب و معادله تعیین می‌شود:

$$M_{ts} = \frac{Y - a}{b} \times \frac{V}{N}$$

که در آن:

M_{ts} محتوای محاسبه شده، در هر نانوگرم سیگار است.

γ نسبت پاسخ نسبی A_a / A_{is} است.

a فاصله رگرسیون خطی به دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است.

b شیب رگرسیون خطی به دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است.

V حجم محلول استخراج ۲۰ میلی لیتر برای پد فیلتر کمبریج ۴۴ میلی متری یا ۵۰ میلی لیتر برای پد فیلتر کمبریج ۹۲ میلی متری استفاده شده است.

n تعداد سیگارهایی است که روی هر پد دود می شود (به جدول ۲ مراجعه کنید).

در صورت لزوم می توان از روش های محاسبه جایگزین استفاده کرد.

۵۴. اقدامات احتیاطی خاص

پس از نصب ستون جدید، با تزریق عصاره نمونه تنباکو در شرایط ابزار مشخص شده، آن را مطابق با شرایط تعیین شده توسط سازنده، آماده کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) برای هر تی اس ان ای و استانداردهای داخلی قابل تکرار باشند.

۵۵. گزارش داده ها

۵۵، ۱. هریک از اندازه گیری ها را برای هر نمونه ارزیابی شده گزارش کنید.

۵۵، ۲. ۱۹.۲ نتایج را به صورت سیگار ng/ یا منطبق بر نیاز گزارش دهید.

۵۶. کنترل کیفیت

۵۶، ۱. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه گیری های کنترلی خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: در صورت لزوم باید اقدامات بیشتری برای تضمین کیفیت آزمایشگاه انجام شود تا با سیاست های آزمایشگاه های جداگانه مطابقت داشته باشد.

۵۶، ۲. معرف آزمایشگاهی بلاتک

برای تشخیص آلودگی احتمالی در طول آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک معرف آزمایشگاهی بلانک، همان‌طور که در بند ۱۶.۳.۲ توضیح داده شده است، قرار دهید. بلانک شامل تمام معرف‌ها و مواد مورد استفاده در تجزیه و تحلیل نمونه‌های آزمایشی است و مانند نمونه آزمایشی آنالیز می‌شود. بلانک باید مطابق با رویه‌های آزمایشگاه‌های فردی ارزیابی شود.

۵۶,۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع (یا یک نمونه کنترل کیفیت مناسب) را مطابق با رویه‌های هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل کنید.

۵۶,۴. منحنی کالیبراسیون جدید پس از هر ۲۰ بار اجرا (۲۰ نمونه عصاره) ساخته می‌شود.

۵۷. روش مشخصات عملکرد

۵۷,۱. حد گزارش دهی

حد گزارش بر روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم می‌شود که مجدداً به نانوگرم در هر سیگار محاسبه می‌شود (مثلاً ۲۰ نانوگرم در سیگار مربوط به کمترین غلظت استاندارد کالیبراسیون ۰.۵ نانوگرم در میلی‌لیتر است).

۵۷,۲. بازیابی ماتریس تقویت شده در آزمایشگاه

بازیابی آنالیت وارد شده به ماتریس به عنوان یک اندازه‌گیری جایگزین برای دقت استفاده می‌شود. بازیابی با ریختن مقادیر شناخته شده استانداردها (پس از کشیدن سیگار) روی یک صفحه فیلتر حاوی دود سیگار و استخراج پد با همان روشی که برای نمونه‌ها استفاده می‌شود، تعیین می‌شود. پدهای اسپایک نشده نیز مورد تجزیه و تحلیل قرار می‌گیرند. بازیابی از معادله زیر محاسبه شده و در جدول ۵ نشان داده شده است:

$$\text{بازیابی (\%)} = 100 \times (\text{نتیجه تجزیه} - \text{نتیجه اسپایک نشده} / \text{مقدار اسپایک شده})$$

جدول ۵. میانگین و بازیابی تی اس ان ای های اسپایک شده بر روی ماتریس

مقدار مشخص (ng)	NNN		NNK		NAT		NAB	
	میانگین (ng)	بازیابی (%)	میانگین (ng)	بازیابی (%)	میانگین (ng)	بازیابی (%)	میانگین (ng)	بازیابی (%)
۱۵۰	۳.۱۴۶	۵.۹۷	۳.۱۴۵	۸.۹۶	۳.۱۶۱	۵.۱۰۷	۱۴۹.۱	۹۹.۴
۵۰۰	۸.۴۵۲	۶.۹۰	۸.۴۷۳	۸.۹۴	۵.۵۱۶	۳.۱۰۳	۵۰۹.۴	۱۰۱.۹
۱۰۰۰	۵.۹۶۲	۳.۹۶	۸.۹۷۳	۴.۹۷	۸.۱۰۱۵	۶.۱۰۱	۱۰۰۱.۱	۱۰۰.۱

۵۷,۳. ویژگی تحلیلی

LC-MS-MS ویژگی تحلیلی عالی را ارائه می دهد. زمان ماند و نسبت یون تأیید، محدوده مشخصی از نسبت های پاسخ یون کمی به یون تأیید و نمونه های کنترل کیفیت، برای تأیید ویژگی نتایج برای یک نمونه ناشناخته استفاده می شود.

۵۷,۴. خطی بودن

منحنی های کالیبراسیون تی اس ان ای ایجاد شده در محدوده غلظت استاندارد ۰.۵-۲۰۰ نانو گرم در میلی لیتر خطی هستند.

۵۷,۵. تداخل احتمالی

هیچ جزء شناخته شده ای هم زمان ماند مشابه و هم نسبت جفت یون تأیید یکسانی به عنوان تی اس ان ای یا استانداردهای داخلی ندارد.

۵۸. تکثیرپذیری و تکرارپذیری

یک مطالعه مشترک بین المللی [۲۸] که بین سال های ۲۰۰۹ و ۲۰۱۲ انجام شد، شامل ۹ آزمایشگاه و سه سیگار مرجع (1R5F؛ 3R4F و CM6) و دو برند تجاری، محدودیت های دقت را برای این روش نشان داد که در جدول ۶، ۷، ۸ و ۹ نشان داده شده است.

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه های تنباکوی مچ شده با استفاده از کارور و تجهیزات مشابه در کوتاه ترین زمان تکرارپذیری ممکن، ۲- به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش — متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه های تنباکوی مچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R — به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش — متفاوت هستند.

نتایج آزمون مطابق با ایزو ۵۷۲۵-۱ [۲.۹] و ایزو ۵۷۲۵-۲ [۲.۱۰] تجزیه و تحلیل آماری شد تا داده‌های دقیق نشان داده شده در جداول ۶-۹ ارائه شود.

برای محاسبه r و R ، نتیجه یک سنجش تحت شرایط دود کردن ایزو به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده چهار پد فیلتر کمبریج (CFPS) (پنج نخ سیگار در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و یک CFP (۲۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف می‌شود. در شرایط دود کردن شدید، یک نتیجه آزمایش به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده هفت CFP (سه سیگار دود شده در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و دو CFP (۱۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف شد. برای اطلاعات بیشتر، به مرجع [۲۸] مراجعه کنید.

توجه: سطوح تی‌اس‌ان‌ای در برندهای تجاری در محدوده سیگارهای آزمایش مرجع قرار داشت و بنابراین در این جدول گزارش نشده است.

جدول ۶. محدودیت دقت برای تعیین NNN (ng/سیگار) در دود اصلی سیگار از سیگارهای مرجع.

سیگار مرجع	رژیم دود کردن ایزو				رژیم دود کردن شدید			
	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}	N	M_{cig}	r_{limit}	R_{limit}
1R5F	۹	۴۵.۵۵	۶.۱۵	۱۱.۲۲	۹	۲۵۶.۷۲	۲۳.۴۴	۵۳.۳۷
3R4F	۹	۱۱۳.۷۶	۱۲.۲۴	۲۰.۰۲	۹	۳۰۲.۲۴	۲۶.۹۴	۶۰.۷۷
CM6	۸	۲۱.۰۲	۳.۹۷	۸.۰۵	۸	۴۰.۲۶	۶.۷۷	۱۸.۱۸

جدول ۷. محدودیت دقت برای تعیین NNK (ng/سیگار) در دود اصلی سیگار از سیگارهای مرجع.

سیگار مرجع	رژیم دود کردن ایزو				رژیم دود کردن شدید			
	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}
1R5F	۸	۲۳.۳۱	۶.۱۷	۱۱.۹۰	۹	۱۲۸.۲۸	۲۱.۲۳	۴۹.۰۵
3R4F	۸	۹۵.۸۱	۱۲.۶۵	۳۳.۷۸	۹	۲۵۹.۲۵	۳۴.۲۷	۸۴.۷۰
CM6	۹	۲۸.۴۷	۶.۶۳	۱۳.۴۶	۹	۵۵.۹۱	۱۴.۰۳	۲۹.۳۵

جدول ۸. محدودیت دقت برای تعیین NAT (ng/سیگار) در دود اصلی سیگار از سیگارهای مرجع

سیگار مرجع	رژیم دود کردن ایزو				رژیم دود کردن شدید			
	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}
1R5F	۷	۱۰۲.۴۳	۱۱.۵۲	۴۸.۶۶	۷	۲۶۴.۶۳	۲۴.۴۱	۱۲۹.۲۱
3R4F	۶	۳۹.۷	۶.۹۵	۱۲.۹۷	۷	۲۲۵.۵۸	۱۹.۳۶	۱۱۶.۴۵
CM6	۷	۳۲.۰۳	۴.۴۵	۱۵.۴۱	۷	۶۲.۴۸	۸.۸۴	۳۰.۵۹

جدول ۹. محدودیت دقت برای تعیین NAB (ng/سیگار) در دود اصلی سیگار از سیگارهای مرجع

سیگار مرجع	رژیم دود کردن ایزو				رژیم دود کردن شدید			
	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}
1R5F	۶	۱۲.۸۵	۱.۸۷	۳.۴۶	۶	۳۱.۹۵	۵.۶۵	۱۰.۳۸
3R4F	۶	۶.۳۶	۱.۸۷	۲.۱۲	۶	۲۹.۴۸	۳.۴۹	۷.۶۲
CM6	۷	۴.۶۷	۱.۵۵	۶.۲۱	۷	۸.۹۸	۲.۸۸	۱۰.۹۳

که در آن:

1R5F، 3R4F و CM6 سه سیگار مرجع هستند که در این مطالعه تجزیه و تحلیل شده اند.

ng نانو گرم است.

N تعداد آزمایشگاه هایی است که مشارکت کرده اند.

m_{cig} میانگین مقدار نیتروسامین مربوطه است.

r_{limit} محدودیت تکرارپذیری اینتروزامین مربوطه است.

R_{limit} محدودیت تجدیدپذیری اینتروزامین مربوطه است.

۵۹. گزارش سنجش

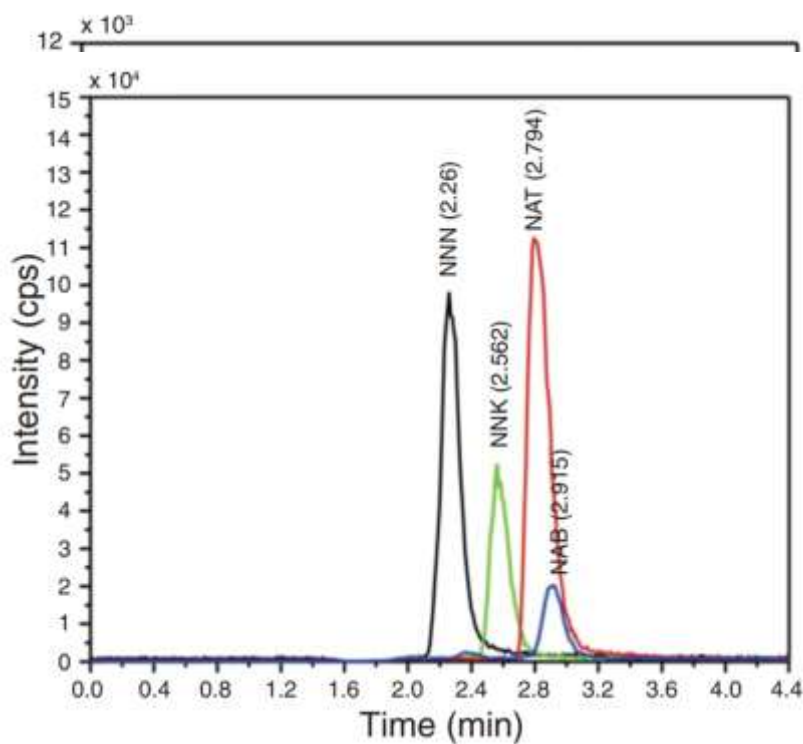
اطلاعات زیر باید در گزارش سنجش درج شود:

(الف) ارجاع به این روش، یعنی راک ۰۳ تب لبت سازمان بهداشت جهانی

(ب) تاریخ دریافت نمونه

(ج) نتیجه و واحدهای آن

پیوست ۱. کروماتوگرام‌های معمول به دست آمده در تعیین نیتروزامین‌های مخصوص تنباکو در دود اصلی سیگار



نمودار ۱. کروماتوگرام نماینده استاندارد^{۲۲}

نمودار ۲. کروماتوگرام نماینده تی‌اس‌ان‌ای در دود اصلی سیگار^۴

۳. برگرفته از یک مطالعه مشترک بین‌المللی که در سال ۲۰۰۹ انجام شد و توسط مراکز کنترل و پیشگیری از بیماری‌ها فقط برای اطلاعات ارائه شد.

۴. برگرفته از یک مطالعه مشترک بین‌المللی که در سال ۲۰۰۹ انجام شد و توسط مراکز کنترل و پیشگیری از بیماری‌ها فقط برای اطلاعات ارائه شد.

شماره: راک ۰۴

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۴



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار

تعیین نیکوتین در پرکننده تنباکو سیگار

روش:	تعیین نیکوتین در پرکننده توتون سیگار
آنالیت‌ها:	نیکوتین (۳-۲۲) - متیل پیرولیدین - ۲ یل [پیریدین (CAS # 54-11-5)]
ماتریکس:	پرکننده تنباکو سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	ژوئن ۲۰۱۴

اطلاعات فهرست نویسی در انتشارات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین نیکوتین در پرکننده توتون سیگار راک ۰۴

۱. تجزیه و تحلیل تنباکو. ۲. استانداردهای نیکوتین ۳. تجزیه و تحلیل آلودگی دود تنباکو. ۴. ایمنی مصرف کننده محصول ۵. استاندارد سنجش مواد سمی. سازمان جهانی بهداشت، شبکه آزمایشگاهی دخانیات

ISBN 978 92 4 150390 (QV 137 :NLM طبقه بندی)

ISBN 978 92 4 150673 1 (EPUB)

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۴

تمامی حقوق محفوظ است. انتشارات سازمان جهانی بهداشت در این سایت در دسترس است: وبسایت سازمان جهانی بهداشت (www.who.int)

یا می توانید از WHO Press، به آدرس زیر خریداری کنید:

سوئیس، ۱۲۱۱ ژنو ۲۷، خیابان آپیا ۲۰، سازمان جهانی بهداشت

تلفن: ۳۲۶۴ ۷۹۱ (۲۲) +۴۱، فکس: ۴۸۵۷ ۷۹۱ (۲۲) +۴۱، ایمیل: bookorders@who.int

درخواست مجوز برای تکثیر یا ترجمه نشریات سازمان جهانی بهداشت - چه برای فروش یا برای توزیع غیر تجاری - باید به آدرس WHO Press از طریق وبسایت سازمان جهانی بهداشت به آدرس زیر ارسال شود:

http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html

نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت حقوقی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مقامات آن، یا در مورد تحدید حدود نیست. خطوط نقطه دار روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهند که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند، تأیید یا توصیه شده اند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

تمام اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت در هیچ موردی مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس

شماره: راک ۰۴

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۴

ذکر شرکت‌های خاص یا محصولات تولیدکنندگان خاص، به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده‌اند، تأیید یا توصیه می‌شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می‌شود.

هیچ رژیم دستگاه دودکننده نمی‌تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دودکننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه‌گیری‌های ماشینی به سیگاری‌ها می‌تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده‌های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه‌گیری‌های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده‌ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت‌ها در اندازه‌گیری‌های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۰۴

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۴

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلواچ او) به عنوان روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری نیکوتین در پرکننده توتون سیگار تهیه شده است

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضا (سی او پی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دابلواچ او اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

• نیکوتین

• آمونیاک

• مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کار گروه مواد منتشره زیر را در جریان دود اصلی شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

۴۰ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (ان‌ان‌کی)

• نرمال نیتروسونورنیکوتین (ان‌ان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکرولین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱.۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم دود کردن دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (ان‌ان‌کی و ان‌ان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱.۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم دود کردن دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

دریچه‌ها تهویه فیلتر	بسامد دود	حجم پک (ml)	رژیم دود کردن
بدون تغییر	هر ۶۰ ثانیه یکبار	۳۵	رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد
تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪ همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.	هر ۳۰ ثانیه یکبار	۵۵	رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸؛ اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است

این راک برای توصیف دستورالعمل تعیین نیکوتین در پرکننده توتون سیگار تهیه شد.

۶۰. محدوده

این روش برای تعیین مقدار کمی نیکوتین در پرکننده تنباکوی سیگار با کروماتوگرافی گازی مناسب است.

۶۱. منابع

- ۶۱،۱. ایزو ۳۴۰۲: تنباکو و فرآورده‌های تنباکو، شرایط جوی برای آماده‌سازی و آزمایش.
- ۶۱،۲. ایزو ۱۳۲۷۶: تنباکو و فرآورده‌های تنباکو، تعیین خلوص نیکوتین، روش وزنی با استفاده از اسید تنگستوسیلیک.
- ۶۱،۳. ایزو ۸۲۴۳: سیگار، نمونه‌برداری
- ۶۱،۴. دفتر مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد. دستورالعمل نمونه‌برداری دارویی نماینده وین، بخش آزمایشگاه و علمی، ۲۰۰۹. (http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf)
- ۶۱،۵. سازمان جهانی بهداشت. روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو. ژنو، شبکه آزمایشگاهی تنباکو، تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۲ (در حال آماده‌سازی)
- ۶۱،۶. سازمان جهانی بهداشت. گزارش اعتبارسنجی روش سازمان جهانی بهداشت روش رسمی تابلنت: تعیین نیکوتین در پرکننده تنباکوی سیگار. ژنو، شبکه آزمایشگاهی تنباکو، آماده ارائه دادن.
- ۶۱،۷. ایزو ۵۷۲۵-۱: صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۱: اصول و تعاریف کلی.
- ۶۱،۸. ایزو ۵۷۲۵-۲: صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرار پذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد.

۶۲. اصطلاحات و تعاریف

- ۶۲،۱. محتوای نیکوتین: مقدار کل نیکوتین موجود در پرکننده تنباکوی سیگار، به صورت میلی گرم در هر گرم پرکننده تنباکوی سیگار بیان می‌شود.
- ۶۲،۲. پرکننده تنباکوی سیگار: قسمتی از سیگار حاوی توتون، از جمله تنباکوی بازسازی شده، ساقه، تنباکوی منبسط شده و مواد افزودنی

۶۲،۳. فرآورده‌های تنباکو: محصولات که به‌طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده‌اند و برای استفاده در دود کردن، مکیدن، جویدن یا دمیدن استفاده می‌شوند (ماده ۱ کنوانسیون چارچوب کنترل دخانیات سازمان بهداشت جهانی).

۶۲،۴. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۶۲،۵. نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش، به‌طور تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود.

۶۲،۶. بخش مورد سنجش: بخش تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود.

۶۳. خلاصه روش اجرایی

۶۳،۱. پس از تهویه، پرکننده تنباکوی سیگار آسیاب شده و مخلوط می‌شود.

۶۳،۲. نیکوتین از پرکننده تنباکوی سیگار با مخلوطی از نرمال هگزان، محلول هیدروکسید سدیم و آب استخراج می‌شود.

۶۳،۳. لایه آلی توسط کروماتوگرافی گازی با آشکارساز شعله یونی واکافت می‌شود.

۶۳،۴. نسبت مساحت قله نیکوتین به استاندارد داخلی بر روی یک منحنی کالیبراسیون ایجاد شده با واکافت استانداردها با غلظت‌های شناخته شده نیکوتین برای تعیین میزان نیکوتین هر بخش سنجش مقایسه می‌شود.

۶۴. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۶۴،۱. همانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی از اصول احتیاطی ایمنی و زیست محیطی رایج پیروی کنید.

۶۴،۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن نمی‌پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند که با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را همراه با هر گونه الزامات مقرراتی موجود مربوط قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۶۴،۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع‌آوری شده از یک هود شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۶۵. دستگاه‌ها و تجهیزات

دستگاه‌های معمول آزمایشگاهی، به ویژه:

۶۵،۱. تجهیزات مورد نیاز برای آماده‌سازی پرکننده تنباکوی سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۴۰۲ [۲۰۱] مشخص شده است.

۶۵،۲. فلاسک‌های استخراج: فلاسک‌های ارلن مایر دردار (۲۵۰ میلی‌لیتر)، بطری‌های ۱۰۰ میلی‌لیتری پیرکس با مهر و موم سپتومی، لوله‌های کشت ۱۰۰ میلی‌لیتری با درپوش‌های تفلون یا سایر فلاسک‌های مناسب.

۶۵،۳. شیکر خطی برای نگه داشتن فلاسک‌های استخراج در موقعیت خود

۶۵،۴. ستون کروماتوگرافی گازی موئین مجهز به آشکارساز شعله یونی

۶۵،۵. ستون کروماتوگرافی گازی موئین قادر به جداسازی مشخص قله‌ها برای حلال، استاندارد داخلی، نیکوتین و سایر اجزای تنباکو (مانند Varian WCOT Fused Silica, 25 m × 0.25 mm ID; coating: CP-WAX 51)

۶۵،۶. حمام اولتراسونیک

۶۶. معرف‌ها و لوازم

همه معرف‌ها باید حداقل از درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت (CAS) Chemical Abstract Services شناسایی می‌شوند.

۶۶،۱. گاز حامل: هلیوم [۷-۵۹-۷۴۴۰] با خلوص بالا (>۹۹.۹۹۹٪)

۶۶،۲. گازهای کمکی: هوا و هیدروژن [۰-۷۴-۱۳۳۳] با خلوص بالا (>۹۹.۹۹۹٪) برای آشکارساز شعله یونی

۶۶،۳. نرمال هگزان [۳-۵۴-۱۱۰]، درجه کروماتوگرافی گازی، با حداکثر محتوای آب ۱.۰ گرم بر لیتر

۶۶،۴. نیکوتین [۵-۱۱-۵۴] با خلوص شناخته شده مساوی یا بیشتر از ۹۸٪. نیکوتین سالیسیلات [۱-۵۲-۲۹۷۹۰] با خلوص شناخته شده نه کمتر از ۹۸ درصد ممکن است استفاده شود. در صورت لزوم، آزمایشگاه ممکن است خلوص نیکوتین را تأیید کند [۲.۲]

۶۶،۵. هیدروکسید سدیم [۱۳۱۰-۷۳-۲]

۶۶،۶. استاندارد داخلی: هپتادکان (خلوص کمتر از ۹۸ درصد کسر جرمی) [۷-۷۸-۶۲۹]. کوینالدین [۴-۶۳-۹۱]، ایزوکیلولین [۳-۶۵-۱۱۹]، کینولین [۵-۲۲-۹۱] یا سایر جایگزین‌های مناسب ممکن است استفاده شود.

۶۷. تهیه ظروف شیشه‌ای

۶۷،۱. ظروف شیشه‌ای را تمیز و خشک کنید تا از رفع آلودگی باقی مانده‌ها اطمینان حاصل کنید.

۶۸. آماده‌سازی محلول‌ها

۶۸،۱. محلول هیدروکسید سدیم (۲ مول در لیتر)

۶۸،۱،۱. تقریباً ۸۰ گرم هیدروکسید سدیم وزن کنید.

۶۸،۱،۲. هیدروکسید سدیم اندازه‌گیری شده را در آب حل کرده و با آب تا ۱ لیتر رقیق کنید.

۶۸،۱،۳. محلول استخراج (۰.۵ میلی گرم در میلی لیتر)

۶۸،۱،۴. وزن تقریباً ۰.۵ گرم (تا دقت ۰.۰۰۱ گرم) نرمال هیتادکان یا استاندارد داخلی جایگزین.

۶۸،۱،۵. نرمال هیتادکان اندازه‌گیری شده یا استاندارد داخلی جایگزین را در انرمال هگزان حل کرده و با نرمال هگزان تا ۱ لیتر رقیق کنید.

۶۹. آماده‌سازی استاندارد

روش آماده‌سازی محلول‌های استاندارد که در زیر توضیح داده شده است به عنوان مرجع مطرح می‌شود و در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۶۹،۱. محلول موجودی ذخیره استاندارد نیکوتین (۲ گرم در لیتر)

۶۹،۱،۱. تقریباً ۲۰۰ میلی گرم نیکوتین یا ۳۷۰ میلی گرم نیکوتین سالیسیلات را با دقت ۰.۰۰۰۱ گرم در یک فلاسک ۲۵۰ میلی لیتری وزن کنید.

۶۹،۱،۲. نیکوتین اندازه‌گیری شده را در ۵۰ میلی لیتر آب حل کنید.

۶۹،۱،۳. به میزان ۱۰۰ میلی لیتر محلول استخراج شده (۹.۲.۲) را پیست کنید و ۲۵ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم با غلظت ۲ مول در لیتر اضافه کنید.

۶۹،۱،۴. مخلوط دو فاز به دست آمده را به مدت 2 ± 60 دقیقه در دستگاه شیکر به شدت تکان دهید. حواستان باشد که فازها به خوبی مخلوط شوند.

۶۹،۱،۵. فاز آلی مایع رویی را جدا کرده و این محلول را در دمای ۴ تا ۸ درجه سانتی گراد، دور از نور نگهداری کنید.

۶۹،۲. محلول‌های استاندارد نیکوتین

۶۹،۲،۱. به میزان ۰.۵ میلی‌لیتر، ۵.۲ میلی‌لیتر، ۵.۰ میلی‌لیتر، ۷.۵ میلی‌لیتر و ۱۰.۰ میلی‌لیتر از محلول موجودی

ذخیره استاندارد تهیه شده در ۱۰.۱.۵ را در فلاسک‌های حجمی ۲۰ میلی‌لیتری پیت کنید.

۶۹،۲،۲. فلاسک‌های حجمی را با محلول استخراج شده تا میزان مورد نظر پر کنید (۹.۲.۲)

۶۹،۲،۳. محلول‌های استاندارد را دور از نور در دمای ۴ تا ۸ درجه سانتی‌گراد نگهداری کنید.

۶۹،۲،۴. غلظت‌های نهایی نیکوتین را در محلول‌های استاندارد از موارد زیر تعیین کنید:

= غلظت نهایی (mg/L)

$$x \times y \times \frac{1000}{100 \times 20} \times \text{خلوص استاندارد}$$

x وزن اصلی (بر حسب میلی‌گرم) نیکوتین است که در بند ۱۰.۱.۱ وزن شده است.

y حجم محلول ذخیره استاندارد است که در بند ۱۰.۲.۱ پیت شده است.

غلظت‌های نهایی نیکوتین در محلول‌های استاندارد در جدول ۱ نشان داده شده است.

استاندارد	حجم محلول استاندارد نیکوتین (y) (mL) (mg/L)	حجم محلول استاندارد داخلی	حجم کل (mL)	غلظت تقریبی نیکوتین در محلول استاندارد نهایی (mg/L)	سطح تقریبی معادل سطوح ناشناخته در پرکننده تنباکوی سیگار (mg/g)
۱	۰.۵		۲۰	۵۰	۱.۳
۲	۲.۵	قابل اجرا نیست، در	۲۰	۲۵۰	۶.۷
۳	۵.۰	محلول استخراج شده	۲۰	۵۰۰	۱۳.۳
۴	۷.۵	گنجانده شده است.	۲۰	۷۵۰	۲۰.۰
۵	۱۰.۰		۲۰	۱۰۰۰	۲۶.۷

محدوده محلول‌های استاندارد بسته به تجهیزات مورد استفاده و نمونه‌های مورد آزمایش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی روی حساسیت روش، ممکن است تنظیم شود.

تمام حلال‌ها و محلول‌ها باید قبل از استفاده با دمای اتاق تنظیم شوند.

۷۰. نمونه‌گیری

۷۰،۱. مطابق با [۲.۳] ایزو ۸۲۴۳ از سیگارها نمونه بگیرید یا رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده، مطابق با رویه آزمایشگاهی منحصر بفرد، یا در صورت نیاز با مقررات خاص و یا در دسترس بودن نمونه‌ها مورد استفاده قرار گیرد.

۷۰،۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۷۰،۲،۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت امکان به واحدهای جداگانه (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) تقسیم کنید.

۷۰،۲،۲. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل $\sqrt{n}$ [۲.۴] از واحدهای منحصر بفرد (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) بگیرید.

۷۱. آماده‌سازی سیگار

۷۱،۱. پرکننده تنباکو را از سیگارها و نمونه‌های کنترل کیفیت (در صورت نیاز) در یک بسته (مثلاً حاوی ۲۰ نخ سیگار) خارج کنید یا حداقل از ۱۵ گرم پرکننده تنباکوی فرآوری شده استفاده کنید.

۷۱،۲. پرکننده تنباکوی سیگار به میزان کافی را با هم ترکیب و مخلوط کنید تا حداقل ۱۰ گرم برای هر بخش آزمایشی تشکیل شود. حداقل سه تکرار از قسمت‌های آزمایشی آماده شده است.

۷۱،۳. پرکننده تنباکوی سیگار را مخلوط کرده و آسیاب کنید تا زمانیکه بتواند از صفحه ۴ میلی متری عبور کند.

۷۱،۴. پرکننده تنباکوی آسیاب شده مورد نیاز برای محصول تنباکو را مطابق با ایزو ۳۴۰۲ [۲.۱] آماده کنید.

۷۲. آماده‌سازی ماشین دود کننده

قابل اجرا نیست.

۷۳. تولید نمونه

قابل اجرا نیست.

۷۴. آماده‌سازی نمونه

۷۴،۱. برای هر بخش سنجش، ۱.۵ گرم از بخش سنجش را که به خوبی مخلوط، آسیاب و آماده شده است، بردارید و آن را با دقت ۰.۰۰۱ گرم در ظرف استخراج وزن کنید.

۷۴,۲. بخش سنجش را با ۲۰ میلی لیتر آب، ۴۰ میلی لیتر محلول استخراج (۹.۲.۲) (Ve) و ۱۰ میلی لیتر محلول ۲ mol/L هیدروکسید سدیم مخلوط کنید.

۷۴,۳. فلاسک را به مدت 2 ± 60 دقیقه روی شیکر تکان دهید.

۷۴,۴. فلاسک نمونه را به مدت ۲۰ دقیقه دیگر به حال خود رها کنید تا فازها قابل مشاهده و واضح باشند. پس از جداسازی فازها، فاز آلی (بالایی) را سریعاً توسط کروماتوگرافی گازی آنالیز کنید. برای تسهیل جداسازی فازها، فلاسک ارلن می تواند در حمام اولتراسونیک قرار گیرد.

۷۴,۵. اگر نمونه استخراج شده قرار است ذخیره شود، آن را در دمای ۴ تا ۸ درجه سانتی گراد از نور محافظت کنید.

۷۵. تجزیه و تحلیل نمونه

کروماتوگرافی گازی همراه با یک آشکارساز یونی شعله برای تعیین کمیت نیکوتین در پرکننده تنباکوی سیگار استفاده می شود. آنالیت ها از سایر تداخلات بالقوه در ستون کروماتوگرافی گازی جدا می شوند. مقایسه نسبت مساحت مجهولات با نسبت مساحت غلظت های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت تکی را به دست می دهد.

۷۵,۱. شرایط عملیاتی کروماتوگرافی گازی: مثال

ستون کروماتوگرافی گازی: Varian WCOT fused silica، ۲۵ متر $\times$ ۰.۲۵ میلی متر ID

پوشش: CP-WAX ۵۱ یا معادل آن

دمای ستون: ۱۷۰ درجه سانتی گراد (هم دما)

دمای تزریق: ۲۷۰ درجه سانتی گراد

دمای آشکارساز: ۲۷۰ درجه سانتی گراد

گاز حامل: هلیوم با سرعت جریان ۵.۱ میلی لیتر در دقیقه

حجم تزریق: ۱.۰ میکرولیتر

حالت تزریق: تقسیم ۱:۱۰

توجه: ممکن است لازم باشد پارامترهای عملیاتی متناسب با شرایط ابزار و ستون و وضوح قله های کروماتوگرافی تنظیم شوند.

۷۵,۲. زمان های ماند مورد انتظار

۷۵,۲,۱. برای شرایط شرح داده شده در اینجا، توالی مورد انتظار شستشو نرمال هپتادکان^۵، نیکوتین خواهد بود.

^۵ n-heptadecane

- ۷۵،۲،۲. ممکن است به عنوان مثال تفاوت در دما، سرعت جریان گاز و سن ستون، زمان ماند را تغییر دهد.
- ۷۵،۲،۳. تحت شرایط فوق، کل زمان تحلیل مورد انتظار حدود ۱۰ دقیقه خواهد بود. زمان تجزیه و تحلیل ممکن است برای بهینه‌سازی عملکرد افزایش یابد.
- ۷۵،۳. تعیین نیکوتین
- توالی تعیین مطابق با روش‌های هر آزمایشگاه خواهد بود. این بخش نمونه‌ای از توالی تعیین نیکوتین در پرکننده تنباکو را نشان می‌دهد.
- ۷۵،۳،۱. یک محلول بلانک (محلول استخراج منهای استاندارد داخلی) برای بررسی هر گونه آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.
- ۷۵،۳،۲. برای بررسی عملکرد سیستم کروماتوگرافی گازی، استاندارد بلانک (بلانک با استاندارد داخلی) را تزریق کنید.
- ۷۵،۳،۳. استانداردهای کالیبراسیون، کنترل کیفیت و نمونه‌ها را تزریق کنید.
- ۷۵،۳،۴. زمان ماند و پاسخ‌های (شمارش مساحت) استانداردها را ارزیابی کنید. اگر زمان‌های ماند مشابه ± 0.2 دقیقه) با زمان‌های ماند در تزریق‌های قبلی باشد، و پاسخ‌ها در ۲۰ درصد موارد، پاسخ‌های معمولی در تزریق‌های قبلی باشد، سیستم آماده انجام آنالیز است. اگر پاسخ‌ها خارج از مشخصات هستند، طبق خط مشی آزمایشگاهی خود به دنبال اقدامات اصلاحی باشید.
- ۷۵،۳،۵. نواحی قله نیکوتین و استاندارد داخلی را ثبت کنید.
- ۷۵،۳،۶. نسبت پاسخ نسبی (RF) قله نیکوتین به قله استاندارد داخلی ($RF = \text{Anicotine} / \text{AIS}$) را برای هر یک از محلول‌های استاندارد نیکوتین، از جمله بلانک‌های استاندارد محاسبه کنید.
- ۷۵،۳،۷. نموداری از غلظت نیکوتین (محور X) در برابر نسبت‌های مساحت (محور Y) ترسیم کنید.
- ۷۵،۳،۸. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی داری با صفر داشته باشد.
- ۷۵،۳،۹. منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد خطی باشد.
- ۷۵،۳،۱۰. یک معادله رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید. اگر ضریب رگرسیون خطی R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر یک نقطه کالیبراسیون مشخص بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، این نقطه باید حذف شود.

۷۵,۳,۱۱. از هر یک از نمونه‌های کنترل کیفی و بخش‌های آزمایش ۱ میکرولیتر تزریق کنید و نواحی قله را با نرم‌افزار مناسب تعیین کنید.

۷۵,۳,۱۲. سیگنال (نسبت‌های قله) به‌دست آمده برای تمام بخش‌های سنجش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرد. در غیر این صورت، محلول‌های استاندارد یا غلظت قسمت‌های سنجش باید در صورت لزوم انطباق داده شوند.

برای کروماتوگرام‌های نماینده به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۷۶. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۷۶,۱. برای هر بخش سنجش، نسبت پاسخ نیکوتین به پاسخ استاندارد داخلی (Y_t) را از ناحیه قله محاسبه کنید.

۷۶,۲. غلظت نیکوتین را بر حسب میلی گرم در لیتر (میلی گرم در لیتر) برای هر بخش سنجش با استفاده از ضرایب رگرسیون خطی ($m_t = (Y_t - a) / b$) محاسبه کنید.

که در آن:

m_t غلظت نیکوتین در محلول آزمایش بر حسب میلی گرم در لیتر است.

Y_t نسبت پاسخ نیکوتین به پاسخ استاندارد داخلی از ناحیه قله است.

a فاصله رگرسیون خطی به‌دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است.

b شیب رگرسیون خطی به‌دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است.

۷۶,۳. مقدار نیکوتین، m_n ، نمونه تنباکو را بر حسب میلی گرم در گرم (میلی گرم در گرم تنباکو) با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$m_n = \frac{m_t \times V_e}{m_o \times 1000}$$

که در آن:

m_t غلظت نیکوتین در بخش آزمایش، بر حسب میلی گرم در لیتر است.

V_e حجم محلول استخراج مورد استفاده، بر حسب میلی لیتر است.

m_o جرم بخش آزمایشی (۱۵.۱)، بر حسب گرم است.

۷۷. اقدامات احتیاطی خاص

۷۷،۱. پس از نصب ستون جدید، آن را با تزریق عصاره نمونه تنباکو تحت شرایط کروماتوگرافی گازی که شرح داده شد، آماده کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) نیکوتین و استاندارد داخلی قابل تکرار باشد.

۷۷،۲. توصیه می شود پس از هر مجموعه (سری) نمونه با بالا بردن دمای ستون کروماتوگرافی گازی تا ۲۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه، اجزای با نقطه جوش بالا را از ستون پاک کنید.

۷۷،۳. هنگامی که نواحی قله (یا ارتفاعات) استاندارد داخلی به طور قابل توجهی بالاتر از حد انتظار است، توصیه می شود که نمونه تنباکو بدون استاندارد داخلی در محلول استخراج، استخراج شود. این موضوع می تواند تعیین کند که آیا هر جزء که همراه با استاندارد داخلی شسته می شود، باعث کاهش مصنوعی مقادیر نیکوتین می شود یا خیر.

۷۸. گزارش داده ها

۷۸،۱. هریک از اندازه گیری ها را برای هریک از نمونه های ارزیابی شده، گزارش کنید.

۷۸،۲. نتایج را به صورت میلی گرم در گرم تنباکو یا متناسب با نیاز، گزارش کنید.

۷۹. کنترل کیفیت

۷۹،۱. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه گیری های کنترل خارج از محدوده تلرانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: در صورت لزوم باید اقدامات بیشتری برای تضمین کیفیت آزمایشگاه انجام شود تا با سیاست های هر آزمایشگاه مطابقت داشته باشد.

۷۹،۲. بلانک معرف آزمایشگاهی

برای تشخیص آلودگی بالقوه در حلال ها یا مواد شیمیایی، یک نمونه از معرف آزمایشگاهی که در بند ۱۶.۳.۱ توضیح داده شده است، اضافه کنید. بلانک شامل تمام معرف ها و مواد مورد استفاده در تهیه بخش های سنجش است و مانند نمونه سنجش آنالیز می شود. نتیجه باید کمتر از حد تشخیص باشد.

۷۹،۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید پایایی کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع (یا یک نمونه کنترل کیفیت مناسب) را مطابق با رویه‌های هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل کنید.

۷۹،۴. نمونه‌های کنترل کیفیت باید بعد از هر ۲۰ بار اجرا شوند. منحنی کالیبراسیون جدید بعد از هر ۲۴ ساعت ساخته می‌شود.

۸۰. روش مشخصات عملکرد

۸۰،۱. حد گزارش‌دهی

حد گزارش‌دهی روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم می‌شود که مجدداً به میلی گرم در گرم محاسبه می‌شود (به عنوان مثال ۱.۳ میلی گرم در گرم مربوط به کمترین غلظت استاندارد کالیبراسیون ۵۰ میلی گرم در لیتر است).

۸۰،۲. بازیابی ماتریس تقویت شده در آزمایشگاه

بازیابی آنالیت اسپایک شده به ماتریس به عنوان یک اندازه‌گیری جایگزین برای دقت استفاده می‌شود. بازیابی با اسپایک‌ینگ مقادیر شناخته شده از استانداردها (قبل از استخراج) در یک فلاسک ارلن همراه با تنباکو و استخراج نیکوتین به روش مشابه نمونه‌ها تعیین می‌شود. تنباکوی اسپایک نشده نیز مورد تجزیه و تحلیل قرار می‌گیرد. بازیابی از رابطه زیر و مطابق جدول ۲ محاسبه می‌شود:

$$\text{بازیابی (\%)} = \frac{(\text{نتیجه تجزیه} - \text{نتیجه اسپایک نشده})}{\text{مقدار اسپایک شده}} \times 100$$

جدول ۲. میانگین و بازیابی نیکوتین وارد شده به ماتریس

مقدار اسپایک شده (mg/g)	نیکوتین (mg/g)	
	میانگین (mg/g)	بازیابی (درصد)
۴.۹۲	۴.۸۱	۹۸.۸
۵.۳۴	۵.۴۸	۱۰۲.۷
۸.۰۱	۷.۷۵	۹۶.۸
۹.۸۴	۹.۷۲	۹۸.۸
۱۳.۳۷	۱۲.۷۲	۹۵.۱
۱۹.۶۸	۱۹.۶۰	۹۹.۶

۸۰,۳. ویژگی تحلیلی

زمان ماند آنالیت مورد نظر برای تأیید ویژگی تحلیلی استفاده می‌شود. محدوده مشخصی از نسبت‌های پاسخ جزء به جزء استاندارد داخلی کنترل کیفیت تنباکوی سیگار برای تأیید ویژگی نتایج برای یک نمونه ناشناخته استفاده می‌شود.

۸۰,۴. خطی بودن

منحنی‌های کالیبراسیون نیکوتین ایجاد شده در محدوده غلظت استاندارد ۵۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر (۱.۳ تا ۲۶.۷ میلی گرم در گرم) خطی هستند.

۸۰,۵. تداخل احتمالی

وجود اوژنول می‌تواند باعث تداخل شود، زیرا زمان ماند آن مشابه نیکوتین است. این تداخل به احتمال زیاد در نمونه‌های حاوی میخک رخ می‌دهد. آزمایشگاه ممکن است نیاز به رفع تداخل با تنظیم پارامترهای ابزار تحلیلی داشته باشد.

۸۱. تکثیرپذیری و تکرارپذیری

یک مطالعه مشترک بین‌المللی [۲.۶] در سال ۲۰۱۰ بر روی ۱۸ آزمایشگاه و سه سیگار مرجع (3R4F، 1R5F و CM6) و دو برند تجاری انجام شد. حد دقت برای این روش در جدول ۳ نشان داده شده است.

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه‌های تنباکوی میچ شده با استفاده از کارور و تجهیزات مشابه در کوتاه‌ترین زمان تکرارپذیری ممکن، ۲— به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های تنباکوی میچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R— به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج سنجش مطابق با ایزو ۱-۵۷۲۵ [۲.۷] ایزو ۲-۵۷۲۵ [۲.۸] تجزیه و تحلیل آماری شد تا داده‌های دقت سنجی نشان داده شده در جدول ۳ ارائه شود.

جدول ۳. حد دقت برای تعیین نیکوتین (mg/g) در پرکننده تنباکوی سیگار

سیگارهای مرجع	N	mcig	rlimit	Rlimit
1R5F	۱۵	۱۵/۹۲	۰/۹۷۷	۲/۲۴۳

۲/۴۱۴	۱/۱۵۲	۱۷/۱۶	۱۷	3R4F
۲/۶۳۵	۱/۳۷۸	۱۸/۷۷	۱۷	CM6

توجه: میزان نیکوتین موجود در پرکننده برندهای تجاری در محدوده سیگارهای مرجع بوده و بنابراین در این جدول گزارش نشده است.

که در آن:

3R4F، 1R5F و CM6 سه سیگار مرجع هستند که در این مطالعه مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفتند.

Mg/g میلی گرم در گرم تنباکو است.

N تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده است.

M_{cig} مقدار میانگین نیکوتین در پرکننده تنباکوی سیگار است،

r_{limit} حد مجاز، حد تکرارپذیری محتوای نیکوتین در پرکننده تنباکوی سیگار است.

R_{limit} حد تکثیرپذیری محتوای نیکوتین در پرکننده تنباکوی سیگار است.

۸۲. گزارش نتایج سنجش

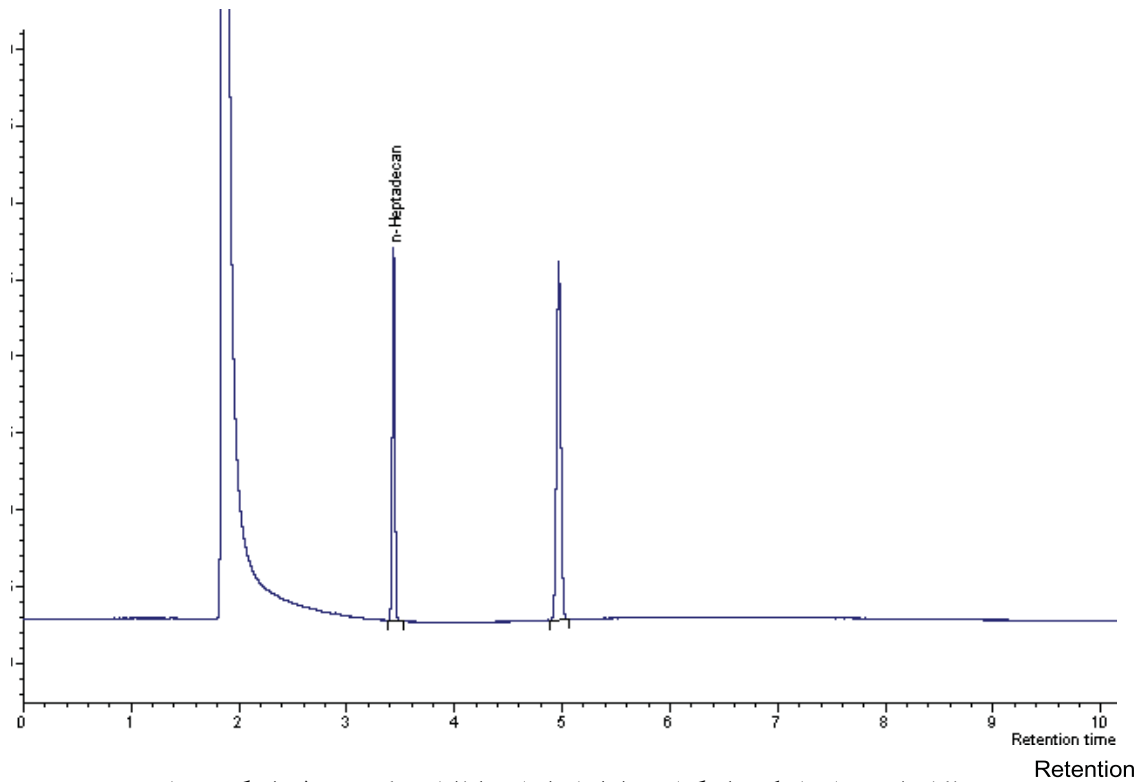
اطلاعات زیر باید در گزارش سنجش درج شود:

ارجاع به این روش، مانند راک شماره ۴ (تبلنت سازمان جهانی بهداشت)

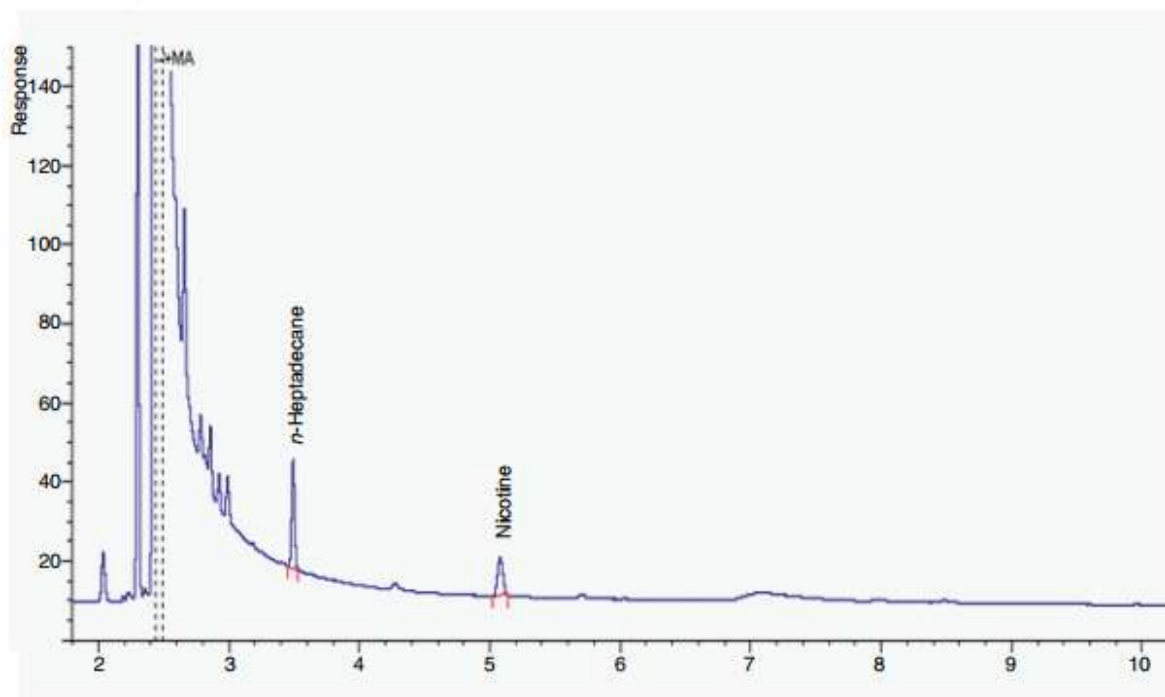
تاریخ دریافت نمونه

نتایج و واحدهای آن

پیوست ۱. کروماتوگرام‌های مرسوم به دست آمده در تجزیه و تحلیل پرکننده تنباکوی سیگار برای محتوای نیکوتین



شکل ۱. نمونه‌ای از کروماتوگرام محلول استاندارد با غلظت نیکوتین ۵۰ میلی گرم در لیتر



شکل ۲. مثال یک کروماتوگرام برای یک محلول آزمایشی

شماره: راک ۰۵

تاریخ: فوریه ۲۰۱۵



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار

تعیین بنزو [a] پیرن در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید

روش: تعیین بنزو [a] پیرن در جریان اصلی دود سیگار اصلی تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید

آنالیت‌ها: بنزو [a] پیرن (CAS # 50-32-8)

ماتریس: ذرات اصلی دود توتون سیگار

آخرین به روز رسانی: فوریه ۲۰۱۵

اطلاعات فهرست نویسی در انتشارات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین بنزو [a] پیرن در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید راک ۰۵.
۱. تجزیه و تحلیل - بنزو[a] پیرن. ۲. شیمی - تنباکو. ۳. تجزیه و تحلیل - دود. ۴. ایمنی مصرف کننده محصولات. ۵.
روش ها - سنجش مواد سمی. سازمان جهانی بهداشت

ISBN 978 92 4 150832 2 (طبقه بندی QV 137:NLM)

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۵

تمامی حقوق محفوظ است. انتشارات سازمان جهانی بهداشت در این سایت در دسترس است: وب سایت سازمان جهانی بهداشت (www.who.int)

یا می توانید از WHO Press، به آدرس زیر خریداری کنید:

سوئیس، ۱۲۱۱ ژنو ۲۷، خیابان آپیا ۲۰، سازمان جهانی بهداشت

تلفن: ۷۹۱ ۳۲۶۴ (۲۲) +۴۱، فکس: ۷۹۱ ۴۸۵۷ (۲۲) +۴۱، ایمیل: bookorders@who.int

درخواست مجوز برای تکثیر یا ترجمه نشریات سازمان جهانی بهداشت - چه برای فروش یا برای توزیع غیرتجاری باید به آدرس WHO Press از طریق وبسایت سازمان جهانی بهداشت به آدرس زیر ارسال شود:

http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html

نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت حقوقی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مقامات آن، یا در مورد تحدید حدود نیست. خطوط نقطه دار روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهند که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد.

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه شده اند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

تمام اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت در هیچ موردی مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس

شماره: راک ۰۵

تاریخ: فوریه ۲۰۱۵

ذکر شرکت‌های خاص یا محصولات تولیدکنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده‌اند تأیید یا توصیه می‌شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می‌شود.

هیچ رژیم دستگاه دودکننده نمی‌تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دودکننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه‌گیری‌های ماشینی به سیگاری‌ها می‌تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده‌های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه‌گیری‌های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده‌ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت‌ها در اندازه‌گیری‌های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۵۰

تاریخ: فوریه ۲۰۱۵

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلواچاو) به عنوان روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری بنزو[a]پیرن (B[a]P) در جریان اصلی دود سیگار تحت عنوان بین‌المللی تهیه شده است. سازمان استانداردسازی (ایزو) و شرایط دود کردن شدید.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری‌های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش‌های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. «کنفرانس اعضا» (کاپ) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دابلواچاو افسی تبسی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین‌نامه محتویات فرآورده‌های دخانی) و ۱۰ (آئین‌نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش‌های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش‌های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
- آمونیاک
- مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه انتشارات زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

۴۰ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (انان‌کی)

• نرمال نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکرولئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (ml)	بسامد دود	دریچه‌های تهویه فیلتر
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد	۳۵	هر ۶۰ ثانیه یکبار	بدون تغییر
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است	۵۵	هر ۳۰ ثانیه یکبار	تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪ همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.

این راک برای توصیف روش تعیین B[a]P در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید آماده شده است.

۸۳. محدوده

این روش برای تعیین کمی B[a]P در جریان دود اصلی سیگار با کروماتوگرافی گازی همراه با طیف‌سنجی جرمی (GC-MS) مناسب است.

B[a]P یک هیدروکربن آروماتیک چند حلقه‌ای است. این ماده در سال ۲۰۱۲ توسط آژانس بین‌المللی تحقیقات سرطان (IARC) به عنوان سرطان‌زا برای انسان (گروه ۱) طبقه‌بندی شد. این ماده در طی احتراق ناقص مواد آلی تشکیل می‌شود. تنفس، دهان و جذب پوستی مسیرهای مهم ورود این ماده به بدن هستند.

۸۴. منابع

- ۸۴، ۱. ایزو ۳۴۰۲ تنباکو و فرآورده‌های تنباکو - جوئی برای آماده‌سازی و سنجش.
- ۸۴، ۲. ایزو ۴۳۸۷ سیگار - تعیین کل ذرات خشک معلق و بدون نیکوتین با استفاده از یک دستگاه دود کننده تحلیلی رایج.
- ۸۴، ۳. سازمان جهانی بهداشت. روش انجام کار برای دود کردن شدید. ژنو: شبکه آزمایشگاهی تنباکو (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۱)
- ۸۴، ۴. ایزو ۳۳۰۸ دستگاه تحلیلی رایج دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد.
- ۸۴، ۵. دفتر مبارزه با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد. دستورالعمل نمونه‌گیری دارویی نماینده وین: بخش آزمایشگاهی و علمی، ۲۰۰۹.

http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf.

- ۸۴، ۶. ایزو ۸۲۴۳ سیگار - نمونه‌گیری.
- ۸۴، ۷. ایزو ۵۷۲۵-۱ صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۱: اصول و تعاریف کلی.
- ۸۴، ۸. ایزو ۵۷۲۵-۲ صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرار پذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد.

۸۴,۹. سازمان جهانی بهداشت. گزارش اعتبارسنجی روش در روش رسمی سازمان جهانی بهداشت تب‌لب‌نت: تعیین بنزو[a]پیرن در جریان دود اصلی سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید. ژنو: شبکه آزمایشگاهی تنباکو، آماده ارائه دادن

۸۵. اصطلاحات و تعاریف

- ۸۵,۱. TPM: کل ذرات معلق
- ۸۵,۲. B[a]P: بنزو [a]پیرن
- ۸۵,۳. B[a]P-d12: نشان‌دار شده با دوتریوم B[a]P
- ۸۵,۴. محصولات تنباکو: محصولات ساخته شده به‌طور کامل یا جزئی از تنباکوی برگ به عنوان ماده خام که برای کشیدن سیگار، مکیدن، جویدن یا دمیدن تولید می‌شوند (ماده ۱ (f) FCTC WHO)
- ۸۵,۵. سازوکار شدید: پارامترهایی برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵ میلی‌لیتری، فاصله پک ۳۰ ثانیه، مدت زمان پک ۲ ثانیه و مسدود شدن ۱۰۰ درصد دریچه‌های تهویه فیلتر است.
- ۸۵,۶. رژیم ایزو: پارامترهایی برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵ میلی‌لیتری، فاصله میان پک ۶۰ ثانیه، طول پک ۲ ثانیه و عدم مسدود شدن دریچه‌های تهویه فیلتر است.
- ۸۵,۷. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.
- ۸۵,۸. نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش، به‌طور تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود.
- ۸۵,۹. بخش مورد سنجش: بخش تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود.

۸۶. خلاصه روش اجرایی

- ۸۶,۱. کل ذرات معلق دود اصلی از نمونه سنجش سیگار بر روی یک پد فیلتر فیبر شیشه‌ای (که معمولاً به عنوان پد فیلتر کمبریج نامیده می‌شود) به دام می‌افتد.
- ۸۶,۲. ممکن است لازم باشد برای جلوگیری از نفوذ/نشست پد فیلتر، تعداد سیگارها تنظیم شود. اگر TPM از ۶۰۰ میلی‌گرم برای فیلتر ۹۲ میلی‌متری یا ۱۵۰ میلی‌گرم برای فیلتر پد ۴۴ میلی‌متری بیشتر شود، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد باید کاهش یابد.

۸۶,۳. محلولی که حاوی یک استاندارد داخلی با برچسب ایزوتوپی است روی پد می چسبد که با سیکلوهگزان استخراج می شود.

۸۶,۴. عصاره سیکلوهگزان از طریق یک کارتریج استخراج فاز جامد سیلیس شسته می شود. شونده جمع آوری شده توسط دستگاه GC-MS با تشخیص یونیزاسیون الکترون آنالیز می شود.

۸۶,۵. یک منحنی کالیبراسیون با رسم نسبت سطح قله B[a]P به B[a]P-d12 از کروماتوگرام یونی بازسازی شده در برابر غلظت های شناخته شده B[a]P در استانداردها ایجاد می شود. غلظت B[a]P در نمونه از منحنی کالیبراسیون به دست می آید.

۸۷. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

احتیاط: بنزو[a]پیرن یک ماده سرطان زا برای انسان است. برای جلوگیری از قرار گرفتن در معرض انسان باید اقدامات احتیاطی انجام شود.

B[a]P و محلول های آن باید در یک هود بخار با تهویه مناسب، جعبه دستکش (گلاوباکس) یا معادل آن قرار گیرند.

آزمایشگاه باید روش هایی را برای دفع محلول های حاوی B[a]P ایجاد کند.

۸۷,۱. اقدامات پیشگیرانه ایمنی و زیست محیطی را مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی انجام دهید.

۸۷,۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد و یا تجهیزاتی داشته باشد که می تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند به تمام جنبه های ایمنی مرتبط با استفاده از روش نمی پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می کنند، مسئولیت دارند که با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را همراه با هر گونه الزامات مقرراتی موجود مربوط قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۸۷,۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه دهانی یا پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقب باشید. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق نشده، محلول های استاندارد، محلول های استخراج یا نمونه های جمع آوری شده از یک هود شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۸۸. دستگاه ها و تجهیزات

دستگاه های معمول آزمایشگاهی، به ویژه:

۸۸,۱. تجهیزات مورد نیاز برای حالت دادن به سیگار طبق استاندارد ایزو ۳۴۰۲ [۲.۱]

- ۸۸،۲. تجهیزات مورد نیاز برای علامت گذاری طول ته سیگار به عنوان مشخص شده در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲]
- ۸۸،۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشش دریاچه‌های تهویه فیلتر برای رژیم شدید همان‌طور که در تب‌لبنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۱ [۲.۳] مشخص شده است.
- ۸۸،۴. تجهیزات مورد نیاز برای دود کردن محصولات دخانی همان‌طور که در ایزو ۳۳۰۸ مشخص شده است. [۲.۴]
- ۸۸،۵. ترازوی تحلیلی با قابلیت اندازه‌گیری حداقل تا چهار رقم اعشار
- ۸۸،۶. گرداب‌ساز یا لرزاننده مچ دست یا معادل آن
- ۸۸،۷. پیپت‌ها و نوک‌هایی که قادر به توزیع دقیق حجم ۱۰-۱۰۰۰ میکرولیتر هستند
- ۸۸،۸. پیپت(های) حجمی یا معادل آن، ۱۰ میلی‌لیتر، ۴۰ میلی‌لیتر و ۱۰۰ میلی‌لیتر
- ۸۸،۹. فلاسک‌های حجمی ۶.۹، ۱۰ میلی‌لیتر، ۲۵ میلی‌لیتر و ۱۰۰ میلی‌لیتر
- ۸۸،۱۰. فلاسک ارلن مایر، ۱۰۰ میلی‌لیتر، ۲۰۰ میلی‌لیتر یا فلاسک مناسب
- ۸۸،۱۱. مینیولود و کارتریج استخراج فاز جامد سیلیس (۵۰۰ میلی‌گرم): فاز غیر متصل سیلیس خالص
- توجه:** به عنوان مثال کارتریج سیلیکا Sep-pak Vac (Waters)، کارتریج Bond Elut Jr SI (Agilent)، کارتریج Supelclean LC-Si (Supelco)، Strata SI-1 Silica (Phenomenex) یا معادل آن
- ۸۸،۱۲. پیپت انتقال شیشه یا معادل آن
- ۸۸،۱۳. تبخیر کننده دوار با فلاسک‌های مناسب یا توربوووپ با لوله‌های آزمایش یا معادل آن
- ۸۸،۱۴. سیستم کروماتوگرافی- طیف‌سنجی جرمی مجهز به سیستم کنترل کامپیوتری، جمع‌آوری و پردازش داده‌ها. این سیستم باید قادر به کار با طیف‌سنج جرمی باشد تا داده‌های کروماتوگرافی را در حالت تشخیص مانتیورینگ تک یونی بدست آورد. کروماتوگراف گازی باید به گونه‌ای پیکربندی شود که تزریق بدون شکاف بر روی ستون موین انجام دهد. توصیه می‌شود دستگاه کروماتوگراف گازی مجهز به نمونه‌گیری خودکار برای تزریق نمونه باشد.

۸۸، ۱۵. ستون: ستون موئین سیلیس ذوب شده با فاز ثابت متیل فنیل (۵٪) پلی سیلوکسان، ستون ۳۰ متری با قطر داخلی ۰.۲۵ میلی متر و ۰.۲۵- ضخامت فیلم میکرومتر برای این تحلیل مناسب است. توجه: به عنوان مثال-DB (Agilent) 5ms یا معادل آن

۸۸، ۱۶. ویال نمونه گیری خودکار، ۲ میلی لیتر یا معادل آن

۸۹. معرف ها و لوازم

۸۹، ۱. همه معرف ها باید حداقل از درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. معرف ها در صورت موجود بودن با شماره رجیستری (CAS) Chemical Abstract Service شناسایی می شوند.

۸۹، ۲. سیکلو هگزان (110-82-7)

۸۹، ۳. B[a]P (50-32-8)

۸۹، ۴. B[a]P-d12 (63466-71-7)

توجه: B[a]P و B[a]P-d12 برای انسان سرطان زا هستند. هنگام دستکاری این ترکیبات یا هر محلول حاوی این ترکیبات، اقدامات احتیاطی مناسب باید انجام شود.

۹۰. تهیه ظروف شیشه ای

۹۰، ۱. ظروف شیشه ای را به گونه ای تمیز و خشک کنید تا از آلودگی جلوگیری شود.

۹۱. آماده سازی محلول ها

لازم نیست.

۹۲. آماده سازی استاندارد

روش آماده سازی محلول های استاندارد که در زیر توضیح داده شده است برای مقاصد مرجع است و در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۹۲، ۱. استاندارد داخلی با برچسب ایزوتوبی

مطابق با گزینه الف یا ب آماده کنید.

گزینه الف

- ۹۲،۱،۱. موجودی ذخیره محلول اولیه B[a]P-d12 ($\mu\text{g/mL} 200$)
- ۹۲،۱،۱،۱. تقریباً ۰.۰۰۵ گرم B[a]P-d12 را در یک فلاسک حجمی ۲۵ میلی‌لیتری روی ترازو چهار اعشاری وزن کنید و وزن را با دقت ۰.۰۰۰۱ گرم ثبت کنید.
- ۹۲،۱،۱،۲. استاندارد داخلی B[a]P-d12 را در ۲۵ میلی‌لیتر سیکلوهاگزان حل کرده و خوب مخلوط کنید.
- ۹۲،۱،۱،۳. برچسب بزنید و در دمای 5 ± 20 - درجه سانتی‌گراد در شیشه‌های کهربایی نگهداری کنید.
- ۹۲،۱،۲. محلول اسپایک B[a]P-d12 ($\mu\text{g/mL} 2$)
- ۹۲،۱،۲،۱. به میزان ۱ میلی‌لیتر از محلول موجودی ذخیره اولیه B[a]P-d12 (۱۰.۱.۱) را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری پیست کنید.
- ۹۲،۱،۲،۲. با سیکلوهاگزان تا نقطه مشخص شده رقیق کنید و خوب تکان دهید.
- ۹۲،۱،۲،۳. برچسب بزنید و در دمای 5 ± 20 - درجه سانتی‌گراد نگهداری کنید.

گزینه ب

- ۹۲،۱،۳. محلول ذخیره اولیه B[a]P-d12 ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر در متیلن کلراید را از یک تامین‌کننده تجاری تهیه کنید، برچسب بزنید و در دمای 5 ± 20 - درجه سانتی‌گراد نگهداری کنید.
- ۹۲،۱،۴. محلول اسپایک B[a]P-d12 (۲ میکروگرم در میلی‌لیتر) را آماده کنید.
- ۹۲،۱،۴،۱. به میزان ۲۰۰ میکرولیتر از محلول ذخیره ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر B[a]P-d12 (۱۰.۱.۳) را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری پیست کنید.
- ۹۲،۱،۴،۲. با سیکلوهاگزان تا نقطه مشخص شده رقیق کنید و خوب تکان دهید.
- ۹۲،۱،۴،۳. برچسب بزنید و در دمای 5 ± 20 - درجه سانتی‌گراد نگهداری کنید.
- ۹۲،۲. استانداردهای بومی
- ۹۲،۲،۱. موجودی ذخیره محلول اولیه B[a]P ($\mu\text{g/mL} 200$)

۹۲،۲،۱،۱. تقریباً ۰.۰۰۵ گرم B[a]P را در یک فلاسک حجمی ۲۵ میلی لیتری روی ترازو چهار اعشاری وزن کنید و وزن را با دقت ۰.۰۰۰۱ گرم ثبت کنید.

۹۲،۲،۱،۲. استاندارد B[a]P را در ۲۵ میلی لیتر سیکلوهاگزان حل کرده و خوب مخلوط کنید.

۹۲،۲،۱،۳. برچسب بزنید و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

۹۲،۲،۲. محلول موجودی ذخیره ثانویه B[a]P (یک میکروگرم در میلی لیتر)

۹۲،۲،۲،۱. مقدار ۰.۵ میلی لیتر از محلول موجودی ذخیره اولیه B[a]P (۱۰.۲.۱) را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری پیت کنید.

۹۲،۲،۲،۲. با سیکلوهاگزان تا نقطه مشخص شده رقیق کنید و خوب مخلوط کنید.

۹۲،۲،۲،۳. برچسب بزنید و در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

محلول های استاندارد در صورتی که در دمای 20 ± 5 - درجه سانتی گراد نگهداری شوند تا ۶ ماه پایدار هستند.

توجه: برای کمک به حل کامل استانداردهای B[a]P و B[a]P-d12، می توان از سونیکاسیون در تهیه محلول های موجودی ذخیره اولیه استفاده کرد. در این حالت ابتدا استانداردها را در حدود ۱۵ میلی لیتر حلال حل کنید. پس از سونیکاسیون، اجازه دهید محلول بماند تا به دمای کار (مثلاً دمای اتاق) خنک شود، سپس با سیکلوهاگزان تا نقطه مشخص رقیق شود.

۹۲،۳. B[a]P محلول های استاندارد کاری

محلول های استاندارد کاری را همان طور که در زیر بیان شده و در جدول ۱ خلاصه شده است آماده کنید.

جدول ۱. محلول های استاندارد کاری B[a]P

غلظت تقریبی B[a]P محلول استاندارد کاری (ng/ml)	حجم کل (میلی لیتر)	حجم B[a]P-d12 محلول اسپایک (۲ میکروگرم بر میلی لیتر از ۱۰.۱.۲ یا ۱۰.۱.۴) (میکرولیتر)	حجم محلول استاندارد موجودی ذخیره ثانویه B[a]P (1 µg/mL) (µL)	استاندارد
۲	۱۰	۱۰۰	۲۰	۱
۴	۱۰	۱۰۰	۴۰	۲
۸	۱۰	۱۰۰	۸۰	۳

۲۰	۱۰	۱۰۰	۲۰۰	۴
۴۰	۱۰	۱۰۰	۴۰۰	۵
۶۰	۱۰	۱۰۰	۶۰۰	۶

توجه: تمام حلال‌ها و محلول‌ها باید قبل از استفاده در دمای اتاق به تعادل برسند.

۹۲،۳،۱. حجم‌های متغیر اسپایک محلول موجودی ذخیره B[a]P ثانویه را از ۱۰.۲.۲ در یک فلاسک

حجمی ۱۰ میلی‌لیتری افزایش دهید.

۹۲،۳،۲. مقدار ۱۰۰ میکرولیتر از محلول اسپایک B[a]P-d12 را که در بند ۱۰.۱.۲ یا ۱۰.۱.۴ آماده

شده است، اضافه کنید.

۹۲،۳،۳. اگر گزینه الف انتخاب شود، غلظت محلول اسپایک B[a]P-d12 (۱۰.۱.۲) را می‌توان از

معادله زیر تعیین کرد:

$$\text{غلظت نهایی } (\mu\text{g/mL}) = X \times Y \times 400$$

که در آن X وزن اصلی استاندارد (بر حسب گرم) است که در بند ۱۰.۱.۱.۱ تعیین شده است.

۹۲،۳،۴. هنگامی که گزینه ب انتخاب می‌شود، غلظت محلول اسپایک B[a]P-d12 (۱۰.۱.۴) با

توجه به مقدار ارائه شده توسط تامین‌کننده محاسبه می‌شود.

۹۲،۳،۵. با سیکلوهاگزان تا جایی که مشخص شده پر کنید و خوب مخلوط کنید.

۹۲،۳،۶. غلظت نهایی استاندارد از معادله زیر تعیین می‌شود:

$$\text{غلظت نهایی } (\mu\text{g/mL}) = X \times Y \times 20$$

نکته: معادله ۱۰.۳.۶ به صورت زیر بدست می‌آید:

غلظت محلول‌های استاندارد کاری B[a]P (در نانوگرم بر میلی‌لیتر) را می‌توان از موارد زیر محاسبه کرد:

$$\frac{X \text{ g}}{25 \text{ mg}} \times \frac{0.5 \text{ ml}}{100 \text{ ml}} \times \frac{Y \mu\text{l}}{10 \text{ ml}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1000 \mu\text{l}} \times \frac{100000000 \text{ ng}}{1 \text{ g}} = \frac{X \times 0.5 \times 1000 \times Y \text{ (ng)}}{25 \text{ ml}}$$

$$= X \times Y \times 20$$

که در آن X وزن اصلی استاندارد (بر حسب گرم) است که در بند ۱۰.۲.۱.۱ تعیین شده است، و Y، حجم (بر حسب

میکرولیتر) محلول موجودی ذخیره B[a]P ثانویه است که در ۱۰.۲.۲ و جدول ۱ توضیح داده شده است.

۹۲,۳,۷. محدوده محلول‌های استاندارد ممکن است مطابق با تجهیزات مورد استفاده و نمونه‌های مورد سنجش تنظیم شود، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی بر محدودیت‌های حساسیت روش.

۹۳. نمونه‌گیری

۹۳,۱. براساس ایزو ۸۲۴۳ [۲.۶] از سیگارها نمونه بگیرید. رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده مطابق با رویه آزمایشگاهی منحصر بفرد یا زمانی که طبق مقررات خاص یا در دسترس بودن نمونه‌ها لازم باشد، استفاده شود.

۹۳,۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۹۳,۲,۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت امکان به واحدهای جداگانه (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) تقسیم کنید.

۹۳,۲,۲. مقدار مساوی محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل ۷n [۲.۵] از واحدهای منفرد (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) بردارید.

۹۴. آماده‌سازی سیگار

۹۴,۱. همه سیگارها را مطابق ایزو ۳۴۰۲ [۲.۱] دود کنید.

۹۴,۲. سیگارها را مطابق با ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] و راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] در طول ته سیگار علامت‌گذاری کنید.

۹۴,۳. نمونه‌های آزمایشی را برای دود کردن مطابق با ایزو یا شرایط دود کردن شدید همان‌طور که در راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] مشخص شده است، آماده کنید.

۹۵. آماده‌سازی ماشین دود کننده

۹۵,۱. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دود کردن در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۴] مشخص شده است.

۹۵,۲. مشخصات دستگاه دود کننده

از مشخصات دستگاه دود کننده ایزو ۳۳۰۸ [۲.۴] پیروی کنید، به جز برای دود کردن شدید، که دستگاه دود کننده باید همان‌طور که در راک ۰۱ تب‌لنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۳] توضیح داده شده است، آماده شود.

۹۶. تولید نمونه

تعداد کافی سیگار را روی دستگاه دود کننده مشخص شده دود کنید به اندازه‌ای که نشئت (بریک ثرو) حاصل نشود و غلظت B[a]P در محدوده کالیبراسیون آماده شده برای آنالیز قرار گیرد.

۹۶،۱. نمونه‌های تست سیگار را دود کنید و کل ذرات معلق را همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] یا راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است، جمع‌آوری کنید.

۹۶،۲. حداقل یک نمونه آزمایش مرجع برای کنترل کیفیت، در صورت امکان، قرار دهید.

۹۶،۳. هنگام آزمایش انواع نمونه برای اولین بار، میزان نشئت پد فیلتر را ارزیابی کنید. ممکن است تعداد سیگارها برای جلوگیری از نشئت لازم باشد تنظیم شود. اگر کل ذرات معلق بیش از ۶۰۰ میلی گرم برای یک پد فیلتر ۹۲ میلی متری یا ۱۵۰ میلی گرم برای یک فیلتر پد ۴۴ میلی متری است، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد را کاهش دهید.

۹۶،۴. تعداد سیگارهایی که باید در هر اندازه‌گیری برای دستگاه‌های دود کننده خطی و دوار دود شوند در ایزو و رژیم‌های دود کردن شدید در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲. تعداد سیگارهای پیشنهادی برای دود کردن برای یک اندازه‌گیری در ماشین‌های دود کننده خطی و دوار

توجه: تعداد سیگارهایی که باید دود شوند، می‌بایست طوری تنظیم شوند که نشئت (بریک ثرو) رخ ندهد و غلظت B[a]P در محدوده کالیبراسیون آماده شده برای آنالیز قرار گیرد.

	رژیم دود کردن شدید		رژیم دود کردن ایزو	
	خطی	دوار	خطی	دوار
تعداد سیگارها به ازای هر پد	۳	۲۰	۵	
تعداد پدها به ازای نتیجه	۳	۱	۴	

۹۶،۵. تعداد سیگار و کل پک‌ها را برای هر پد فیلتر ثبت کنید.

۹۶،۶. پس از دود کردن تعداد مورد نیاز نمونه آزمایشی، پنج پک پاکسازی انجام دهید و نگهدارنده پد را از دستگاه دود کننده خارج کنید.

۹۷. آماده‌سازی نمونه

۹۷،۱. استخراج پد فیلتر

۹۷،۱،۱. پدها را از نگهدارنده‌ها جدا کنید. هر پد را از وسط به‌طور آزادانه تا کنید، و سپس دوباره به نصف تا کنید، به‌طوری که کل ذرات معلق در داخل آن قرار گیرد. از سمت مخالف جایی که کل ذرات معلق جمع‌آوری می‌شود، برای پاک کردن سطح داخلی نگهدارنده پد استفاده کنید، به این صورت هر گونه ذرات موجود در نگهدارنده در بر گرفته می‌شود. پد(های) فیلتر را به یک ارلن ۱۰۰ میلی‌لیتری یا فلاسک مناسب برای پد ۴۴ میلی‌متری یا یک فلاسک ۲۰۰ میلی‌لیتری ارلن یا فلاسک مناسب برای پد ۹۲ میلی‌متری منتقل کنید.

نکته: در رژیم ایزو، چهار پد ۴۴ میلی‌متری برای دستگاه استعمال خطی یا یک پد ۹۲ میلی‌متری برای دستگاه استعمال دوار در یک فلاسک استخراج می‌شوند. در رژیم شدید، سه پد ۴۴ میلی‌متری برای دستگاه استعمال خطی یا یک پد ۹۲ میلی‌متری برای دستگاه استعمال دوار در یک فلاسک استخراج می‌شوند.

۹۷،۱،۲. سیکلوهاگزان (۴۰ میلی‌لیتر برای پدهای ۴۴ میلی‌متری، ۱۰۰ میلی‌لیتر برای پدهای ۹۲ میلی‌متری) به فلاسک اضافه کنید.

۹۷،۱،۳. هر فلاسک را با محلول اسپایک B[a]P- d12 (۱۰.۱.۲ یا ۱۰.۱.۴) اسپایک کنید (۴۰ میکرولیتر برای یک پد ۴۴ میلی‌متری، ۱۰۰ میکرولیتر برای یک پد ۹۲ میلی‌متری)

۹۷،۱،۴. با استفاده از یک گردابه‌ساز، با حرکت مچ دست یا با دستگاه مشابه، B[a]P را با تکان دادن با ۲۰۰ دور در دقیقه به مدت ۶۰ تا ۸۰ دقیقه از پد خارج کنید.

۹۷،۲. پاک‌سازی نمونه

۹۷،۲،۱. یک کارتریج استخراج فاز جامد را با ۱۰ میلی‌لیتر سیکلوهاگزان قرار دهید و مایع خروجی را دور بریزید. اجازه ندهید کارتریج خشک شود.

۹۷،۲،۲. مقدار ۱۰ میلی‌لیتر از عصاره نمونه را روی کارتریج پیست کنید و اجازه دهید از داخل کارتریج عبور کند. مایع شست‌وشو را جمع‌آوری کنید.

۹۷،۲،۳. کارتریج را دو بار دیگر، با هر بار ۱۵ میلی‌لیتر سیکلوهاگزان شست‌وشو دهید و اجازه دهید کارتریج پس از این که آخرین مقادیر از آن خارج شد، خشک شود.

۹۷، ۲، ۴. محلول سیکلو هگزان را تا زمانی که تقریباً خشک شود، تبخیر کنید.

توجه: وضعیت تبخیر کننده دوار باید در دمای ۵۵ درجه سانتی گراد با فشار خلاء ۳۰ کیلو پاسکال (۳۰۰ میلی بار) (تقریباً ۱۰ دقیقه) تنظیم شود. فشار خلاء را می توان مطابق با شرایط تجهیزات تنظیم کرد. وضعیت توربو پمپ باید در دمای ۳۰ درجه سانتی گراد در جریان ثابت نیتروژن (تقریباً ۱۵ دقیقه) تنظیم شود.

۹۷، ۲، ۵. مقدار ۱ میلی لیتر سیکلو هگزان را به داخل فلاسک پیپت کنید تا عصاره حل شود. روی فلاسک را ببندید و آن را با دقت بچرخانید تا سطح داخلی آن شسته شود. یک نمونه آزمایش برای سنجش کروماتوگرافی گازی-طیف سنجی جرمی بگیرید.

نکته مهم: غلظت نهایی استاندارد داخلی B[a]P- d12 در نمونه تقریباً ۲۰ نانو گرم در میلی لیتر است.

۹۸. تجزیه و تحلیل نمونه

این روش برای کمی سازی B[a]P در جریان اصلی دود سیگار شامل کروماتوگرافی گازی-طیف سنجی جرمی است. آنالیت ها از سایر مواد مداخله گر احتمالی در یک ستون کروماتوگرافی گازی جدا می شوند. مقایسه نسبت مساحت (آنالیت بومی به آنالیت نشان دار شده با ایزوتوپ) مجهولات با نسبت مساحت (آنالیت بومی به آنالیت برچسب دار با ایزوتوپ) غلظت های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت را به دست می دهد.

۹۸، ۱. شرایط عملیاتی کروماتوگرافی گازی-طیف سنجی جرمی: مثال

ستون کروماتوگرافی گازی: ستون مویی سیلیکا ذوب شده با متیل فنیل (۵٪) فاز ثابت پلی سیلوکسان، یک ستون ۳۰ متری با قطر داخلی ۰.۲۵ میلی متر و ضخامت فیلم ۰.۲۵ میکرومتر مناسب است (DB-5ms Agilent یا معادل آن)

دمای انژکتور: ۲۸۰ درجه سانتی گراد حالت جریان ثابت

سرعت جریان: ۱.۲ میلی لیتر در دقیقه

تزریق: ۱ میکرولیتر یا ۲ میکرولیتر بدون تقسیم

- دمای ستون: ۱۵۰ درجه سانتی گراد برای ۰ دقیقه؛ ۶ درجه سانتی گراد در دقیقه تا ۲۶۰ درجه سانتی گراد، در دمای ۲۶۰ درجه سانتی گراد نگهداری کنید. به مدت ۷ دقیقه؛ ۵۰ درجه سانتی گراد در دقیقه تا ۲۹۰ درجه سانتی گراد، در دمای ۲۹۰ درجه سانتی گراد برای ۲۰ دقیقه نگه دارید.
- خط انتقال: دمای ۲۸۰ درجه سانتی گراد
- منبع طیف سنجی جرمی: ۲۳۰ درجه سانتی گراد
- اثرات یونی: B[a]P: m/z 252
B[a]P-d12: m/z 264
- زمان ماند: ۵۰ میلی ثانیه
- حالت یونیزاسیون: یونیزاسیون الکترونی
- توجه:** ممکن است لازم باشد پارامترهای عملیاتی با شرایط ابزار و ستون و وضوح قله‌های کروماتوگرافی، تطبیق داده شوند.
- ۹۸،۲. اطلاعات کلی تحلیلی
- ۹۸،۲،۱. برای شرایطی که در اینجا توضیح داده شده است، توالی مورد انتظار شست‌وشو B[a]P-d12, B[a]P خواهد بود.
- ۹۸،۲،۲. تفاوت در مواردی نظیر دما، سرعت جریان گاز و سن ستون می‌تواند زمان ماند را تغییر دهد.
- ۹۸،۲،۳. توالی تعیین B[a]P مطابق با عملکرد هر آزمایشگاه خواهد بود. در این بخش یک مثال آمده است.
- ۹۸،۲،۴. یک محلول بلانک (محلول استخراج منهای استاندارد داخلی برچسب دار) را برای بررسی هر گونه آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.
- ۹۸،۲،۵. برای بررسی عملکرد سیستم کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی یک بلانک استاندارد (بلانک با استاندارد داخلی برچسب دار) تزریق کنید.
- ۹۸،۲،۶. استانداردهای کالیبراسیون، کنترل کیفیت و نمونه‌ها را تزریق کنید.
- ۹۸،۲،۷. نواحی قله B[a]P و B[a]P-d12 را ثبت کنید.

۹۸،۲،۸. نسبت پاسخ نسبی قله B[a]P به قله B[a]P-d12 یعنی (AB[a]P / AB[a]P-d12) را برای هر محلول استاندارد، از جمله بلانک‌های استاندارد، محاسبه کنید.

۹۸،۲،۹. نموداری از غلظت B[a]P (محور X) نسبت به (محور Y) رسم کنید.

۹۸،۲،۱۰. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی داری با صفر داشته باشد.

۹۸،۲،۱۱. منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد خطی باشد.

۹۸،۲،۱۲. رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید.

اگر رگرسیون خطی، R^2 ، کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر هر نقطه کالیبراسیون بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، نقطه باید حذف شود.

۹۸،۲،۱۳. کنترل کیفیت‌ها و نمونه‌ها را تزریق کنید و نواحی قله را با نرم افزار مناسب تعیین کنید.

۹۸،۲،۱۴. نسبت قله به دست آمده برای تمام بخش‌های آزمایش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرد. در غیر این صورت، غلظت استاندارد و محلول‌های استاندارد یا محلول‌های قسمت سنجش باید تطبیق داده شود.

برای کروماتوگرام‌های نماینده به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۹۹. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۹۹،۱. شیب و فاصله از پاسخ‌های نسبی B[a]P و B[a]P-d12 در مقابل غلظت نسبی B[a]P تعیین می‌شود.

۹۹،۲. محاسبه نسبت پاسخ نسبی از مناطق قله برای هر یک از استانداردهای کالیبراسیون (۱۰.۳):

$$RF = A_{B[a]P} / A_{B[a]P-d12}$$

که در آن RF نسبت پاسخ نسبی است، $A_{B[a]P}$ ناحیه قله B[a]P (کروماتوگرام یونی بازسازی شده ۲۵۲ m/z) و $A_{B[a]P-d12}$ ناحیه قله B[a]P-d12 است. (کروماتوگرام یونی بازسازی شده ۲۶۴ m/z)

۹۹،۳. نموداری از ضریب پاسخ نسبی، AB[a]P / AB[a]P-d12 (محور Y)، در مقابل غلظت (محور X)

برای هر محلول استاندارد رسم کنید. رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید.

۹۹،۴. منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد خطی باشد.

۹۹،۵. محتوای B[a]P (سیگار / نانو گرم) از نسبت پاسخ نسبی محاسبه شده برای بخش سنجش، شیب و عرض از مبدا به دست آمده از منحنی کالیبراسیون مناسب و معادله تعیین می شود:

$$M = \frac{Y - a}{b} \times \frac{V \times V_e}{V_c \times n}$$

که در آن M مقدار محاسبه شده B[a]P بر حسب نانو گرم در هر سیگار است، Y نسبت پاسخ نسبی $A_{B[a]P} / A_{B[a]P-d12}$ است، a نقطه وقفه رگرسیون خطی به دست آمده از کالیبراسیون استاندارد است، b منحنی شیب رگرسیون خطی به دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است، V حجم محلول نمونه (۱ میلی لیتر)، V_e حجم محلول استخراج (۴۰ میلی لیتر) برای یک پد فیلتر کمبریج ۴۴ میلی متر، ۱۰۰ میلی لیتر برای یک پد فیلتر کمبریج ۹۲ میلی متری است، V_c حجم مقدار کمی از محلول استخراج مورد استفاده در پاک سازی است (۱۰ میلی لیتر)، و n' تعداد سیگارهای دود شده است (جدول ۲ را ببینید).

در صورت امکان می توان از روش های محاسبه جایگزین استفاده کرد.

۱۰۰. اقدامات احتیاطی خاص

پس از نصب ستون جدید، آن را مطابق با شرایط تعیین شده توسط سازنده، آماده کنید و سپس عصاره نمونه تنباکو را طبق شرایط مشخص شده برای ابزار، تزریق کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) برای B[a]P و B[a]P-d12 قابل تکرار باشند.

۱۰۱. گزارش داده ها

۱۰۱،۱. هریک از اندازه گیری ها را برای هریک از نمونه های ارزیابی شده، گزارش کنید.

۱۰۱،۲. نتایج را به صورت نانو گرم در هر سیگار یا متناسب با نیاز، گزارش کنید.

۱۰۲. کنترل کیفیت

۱۰۲،۱. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه گیری های کنترل خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: در صورت لزوم باید از روش های تضمین کیفیت بیشتری برای انطباق با سیاست های هر آزمایشگاه استفاده شود.

۱۰۲،۲. بلانک معرف آزمایشگاهی

برای تشخیص هر گونه آلودگی در حین آماده سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک نمونه آزمایشی معرف، همان طور که در بند ۱۶.۲.۵ توضیح داده شده است، قرار دهید. بلانک باید مطابق با رویه های هر آزمایشگاه ارزیابی شود.

۱۰۲،۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع (یا یک نمونه کنترل کیفیت مناسب) را مطابق با رویه های هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل کنید.

۱۰۲،۴. پس از هر ۲۰ تزریق نمونه سنجش (۲۰ عصاره نمونه) یک منحنی کالیبراسیون جدید ایجاد کنید.

۱۰۳. روش مشخصات عملکرد

۱۰۳،۱. حد گزارش دهی

حد گزارش دهی روی حداقل غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم شده است که مجدداً به نانو گرم در هر سیگار محاسبه می شود.

۱۰۳،۲. بازیابی ماتریس تقویت شده در آزمایشگاه

بازیابی آنالیت اسپایک شده به ماتریس به عنوان یک اندازه گیری جایگزین برای دقت استفاده می شود. بازیابی با اسپایکینگ مقدار مشخصی از استاندارد (پس از کشیدن سیگار) روی یک صفحه فیلتر حاوی دود سیگار و استخراج پد تعیین می شود؛ با همان روشی که برای استخراج نمونه ها استفاده می شود. پدهای اسپایک نشده نیز مورد تجزیه و تحلیل قرار می گیرند. بازیابی از معادله زیر محاسبه شده و در جدول ۳ نشان داده شده است:

$$\text{بازیابی (\%)} = 100 \times (\text{نتیجه تجزیه} - \text{نتیجه اسپایک نشده} / \text{مقدار اسپایک شده})$$

جدول ۳. میانگین و بازیابی B[a]P افزایش یافته بر روی ماتریس

بازیابی (درصد)	میانگین (نانو گرم/سیگار)	مقدار اسپایک شده (نانو گرم/سیگار)
۵۸.۱۰۰	۹۳.۲	۹۱.۲
۳۹.۱۰۰	۸۲.۶	۷۹.۶
۲.۱۰۳	۰.۸۱۰	۷۰.۹

۱۰۳،۳. ویژگی تحلیلی

کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی ویژگی تحلیلی را ارائه می‌دهد. زمان ماند و نسبت جرم مولکولی به شارژ (m/z)، برای تأیید ویژگی نتایج برای یک نمونه ناشناخته استفاده می‌شود.

۱۰۳،۴ خطی بودن

منحنی‌های کالیبراسیون B[a]P ایجاد شده در محدوده غلظت استاندارد ۲ تا ۶۰ نانوگرم در میلی‌لیتر خطی هستند.

۱۰۳،۵ تداخل احتمالی

هیچ جزء شناخته شده‌ای وجود ندارد که هم‌زمان ماند و m/z مشابه یا B[a]P و [a]P-d12 مشابه داشته باشد.

۱۰۴ تکثیرپذیری و تکرارپذیری

یک مطالعه مشترک بین‌المللی [۲۰۹] در سال ۲۰۱۲ بر روی سه سیگار مرجع (CM6 و 3R4F، 1R5F) و دو برند تجاری توسط هشت آزمایشگاه، انجام شد. محدودیت‌های دقت برای این روش در جدول ۴ نشان داده شده است.

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه‌های تنباکوی میچ شده با استفاده از کارور و تجهیزات مشابه در کوتاه‌ترین زمان تکرارپذیری ممکن، ۲- به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش-متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های تنباکوی میچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکرارپذیری، R- به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش-متفاوت هستند.

نتایج آزمون مطابق با ایزو ۱-۵۷۲۵ [۲۰۷] و ایزو ۲-۵۷۲۵ [۲۰۸] از نظر آماری تجزیه و تحلیل شد و داده‌های دقت‌سنجی در جدول ۴ نشان داده شده است.

جدول ۴. حد دقت برای تعیین B[a]P (ng/سیگار) در جریان اصلی دود سیگار از سیگارهای مرجع

سیگارهای مرجع				رژیم دود کردن ایزو				رژیم دود کردن شدید			
				R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N
1R5F				۰/۹۹	۰/۴۷	۱/۴۶	۸	۲/۹۱	۱/۵۲	۶/۴۷	۸
3R4F				۲/۰۹	۱/۰۳	۵/۹۹	۸	۳/۱۵	۲/۵۲	۱۴/۵۱	۸
CM6				۵/۸۳	۱/۴۳	۱۳/۷۰	۷	۸/۴۵	۲/۸۱	۲۵/۸۶	۷

که در آن 1R5F، 3R4F و CM6 به عنوان سه سیگار مرجع در این مطالعه تجزیه و تحلیل شده‌اند، n تعداد آزمایشگاه‌هایی است که مشارکت کردند، m_{cig} میانگین مقدار B[a]P در هر سیگار است، r_{limit} حد تکرارپذیری B[a]P است، و R_{limit} حد تکرارپذیری B[a]P است.

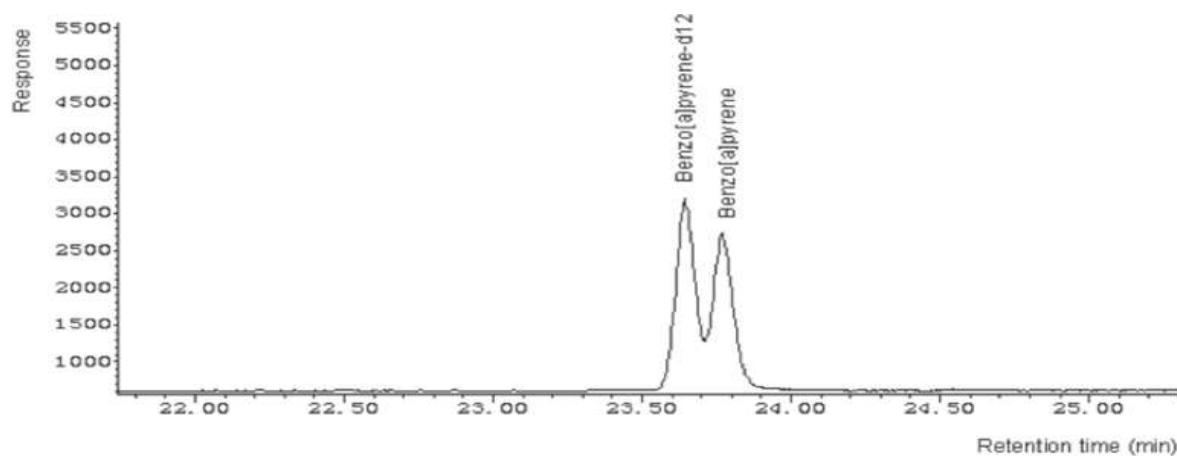
برای محاسبه r و R، نتیجه یک سنجش تحت شرایط دود کردن ایزو به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده چهار پد فیلتر کمبریج (CFPS) (پنج نخ سیگار در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و یک CFP (۲۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف می‌شود. در شرایط دود کردن شدید، یک نتیجه آزمایش به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده هفت CFP (سه سیگار دود شده در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و دو CFP (۱۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف شد. برای اطلاعات بیشتر، به مرجع [۲.۹] مراجعه کنید.

۱۰۵. گزارش نتایج سنجش

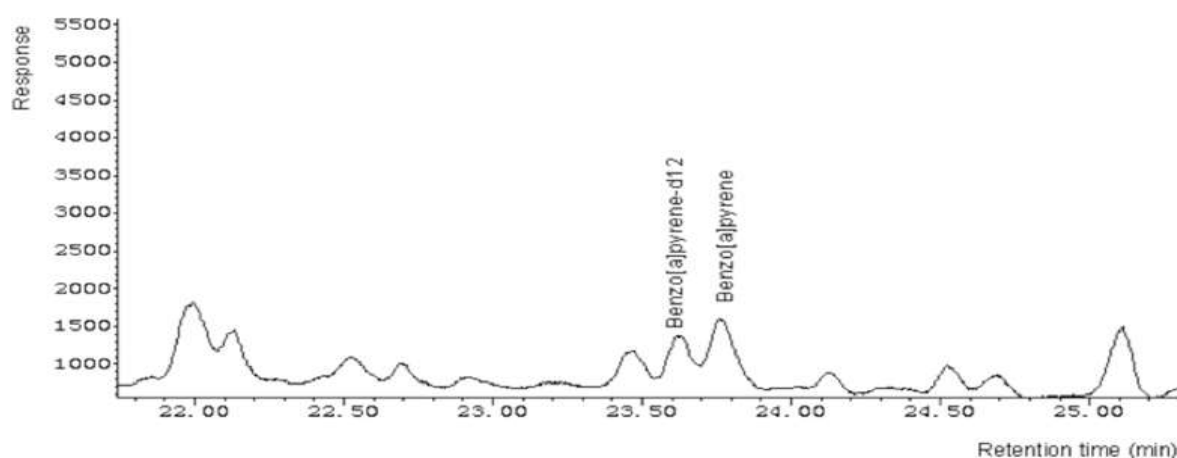
اطلاعات زیر باید در گزارش نتایج سنجش درج شود:

- ارجاع به این روش، یعنی راک شماره ۵ (تبلنت سازمان جهانی بهداشت)
- تاریخ دریافت نمونه
- نتایج و واحدهای آنها

پیوست ۱. کروماتوگرام‌های معمولی به دست آمده در تعیین بنزو [a] پیرن در دود اصلی سیگار



شکل ۱. کروماتوگرام نشان‌دهنده محلول استاندارد



شکل ۲. کروماتوگرام نشان‌دهنده محلول نمونه

شماره: راک ۰۶

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۶



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار

تعیین مواد جاذب رطوبت در پرکننده توتون سیگار

روش:	تعیین مواد جاذب رطوبت در پرکننده توتون سیگار
آنالیت‌ها:	پروپیلن گلیکول (پروپان ۱،۲ دیول) (CAS # 57 55 6) گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) (CAS # 56 81 5) تری اتیلن گلیکول (۲،۲' اتیلن دی اکسی بیس (اتانول)) (CAS # 112 27 6)
ماتریس:	پرکننده توتون سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	ژوئن ۲۰۱۶

اطلاعات فهرست نویسی در انتشارات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین مواد جاذب رطوبت در پرکننده توتون سیگار راک ۰۶

۱. تجزیه و تحلیل - محصولات تنباکو ۲. تجزیه و تحلیل - دود ۳. مواد کمکی - مواد سمی ۴. مواد سمی - گلیسرول ۵. مواد سمی - پروپیلن گلیکول ۶. سنجش مواد سمی. شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

ISBN 978 92 4 151047 9 (NLM :QV 137 طبقه بندی)

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۶

تمامی حقوق محفوظ است. انتشارات سازمان جهانی بهداشت در این سایت در دسترس است: وب سایت سازمان جهانی بهداشت (www.who.int)

یا می توانید از WHO Press، به آدرس زیر خریداری کنید:

سوئیس، ۱۲۱۱ ژنو ۲۷، خیابان آپیا ۲۰، سازمان جهانی بهداشت

تلفن: ۷۹۱ ۳۲۶۴ (۲۲) +۴۱، فکس: ۷۹۱ ۴۸۵۷ (۲۲) +۴۱، ایمیل: bookorders@who.int

درخواست مجوز برای تکثیر یا ترجمه نشریات سازمان جهانی بهداشت - چه برای فروش یا برای توزیع غیر تجاری - باید به آدرس WHO Press از طریق وب سایت سازمان جهانی بهداشت به آدرس زیر ارسال شود:

http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html

نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت حقوقی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مقامات آن، یا در مورد تحدید حدود نیست. خطوط نقطه دار روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهند که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه شده اند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

تمام اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت در هیچ موردی مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس

شماره: راک ۰۶

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۶

ذکر شرکت‌های خاص یا محصولات تولیدکنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده‌اند تأیید یا توصیه می‌شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می‌شود.

هیچ رژیم دستگاه دودکننده نمی‌تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دودکننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه‌گیری‌های ماشینی به سیگاری‌ها می‌تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده‌های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه‌گیری‌های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده‌ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت‌ها در اندازه‌گیری‌های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۰۶

تاریخ: ژوئن ۲۰۱۶

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلوچاو) به عنوان یک روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری مواد جاذب رطوبت در پرکننده توتون سیگار تهیه شده است

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. «کنفرانس اعضا» (کاپ) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دابلوچاو افسی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
- آمونیاک
- مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه مواد منتشره زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

۴۰ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (انان‌کی)

• نرمال نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکرولئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (ml)	بسامد دود	دریچه‌های تهویه فیلتر
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و			
تحلیل معمول دستگاه دود کننده -	۳۵	هر ۶۰ ثانیه یکبار	بدون تغییر
تعاریف و شرایط استاندارد			
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما			
همان‌طور که نشان داده شده اصلاح	۵۵	هر ۳۰ ثانیه یکبار	همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.

این راک برای راهنمایی آزمایشگاه‌های شرکت کننده در تجزیه و تحلیل مواد جاذب رطوبت در پرکننده توتون سیگار تهیه شد.

۱۰۶. محدوده

این روش انجام کار برای تعیین کمی مواد جاذب رطوبت پروپیلن گلیکول، گلیسرول (پروپان-۳،۲،۱-تریول) و تری اتیلن گلیکول در پرکننده توتون سیگار با کروماتوگرافی گازی مناسب است.

۱۰۷. منابع

۱۰۷،۱. ایزو ۸۲۴۳ سیگار - نمونه برداری.

۱۰۷،۲. رهنمودهای نمونه برداری دارویی نماینده. نیویورک: دفتر مبارزه با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد؛ ۲۰۰۹. (http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf)

۱۰۷،۳. گزارش اعتبار روش روش رسمی: تولبنت سازمان جهانی بهداشت تعیین مواد جاذب رطوبت در پرکننده تنباکوی سیگار. ژنو: سازمان جهانی بهداشت، شبکه آزمایشگاهی تنباکو (در حال آماده سازی)

۱۰۷،۴. روش های انجام کار برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو. ژنو: سازمان جهانی بهداشت، شبکه آزمایشگاهی تنباکو (تولبنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۲)

۱۰۷،۵. ایزو ۵۷۲۵-۱ صحت (راستی و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری - قسمت ۱: اصول و تعاریف کلی.

۱۰۷،۶. ایزو ۵۷۲۵-۲ صحت (راستی و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری - قسمت ۲: روش اساسی برای تعیین تکرار پذیری و تجدیدپذیری یک روش اندازه گیری استاندارد.

۱۰۸. اصطلاحات و تعاریف

۱۰۸،۱. محتوای مواد جاذب رطوبت: مقادیر جداگانه گلیسرول، پروپیلن گلیکول و تری اتیلن گلیکول در پرکننده تنباکوی سیگار، به صورت میلی گرم در هر گرم پرکننده تنباکوی سیگار بیان می شود.

۱۰۸،۲. پرکننده تنباکوی سیگار: قسمتی از سیگار حاوی تنباکو، از جمله تنباکوی بازسازی شده، ساقه، تنباکوی منبسط شده و مواد افزودنی.

۱۰۸,۳. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده و برای کشیدن سیگار، مکیدن، جویدن یا دم کشیدن تولید می‌شوند (ماده ۱ کنوانسیون چارچوب کنترل دخانیات سازمان بهداشت جهانی)

۱۰۸,۴. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۱۰۸,۵. نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش، به طور تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.

۱۰۸,۶. بخش مورد سنجش: بخش تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود. تعداد قسمت‌های گرفته شده باید معرف نمونه سنجش باشد.

۱۰۹. خلاصه روش اجرایی

۱۰۹,۱. مواد جاذب رطوبت از پرکننده تنباکوی سیگار با مخلوطی از متانول و محلول ۱,۳-بوتانیدیول استخراج می‌شوند

۱۰۹,۲. عصاره با یک آشکارساز شعله یونی یا طیف‌سنج جرمی آنالیز می‌شود.

۱۰۹,۳. نسبت مساحت پیک هر مرطوب‌کننده به سطح استاندارد داخلی بر روی یک منحنی کالیبراسیون ایجاد شده با واکافت کردن استانداردهای حاوی غلظت‌های شناخته شده هر ماده جاذب رطوبت برای تعیین محتوای رطوبت در هر نمونه سنجش مقایسه می‌شود.

۱۱۰. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۱۱۰,۱. مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر از احتیاطات ایمنی و زیست محیطی معمول پیروی کنید.

۱۱۰,۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از روش نمی‌پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند که با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را همراه با هرگونه الزامات مقرراتی موجود مربوط قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۱۱۰،۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق‌نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع‌آوری‌شده از یک هود شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۱۱۱. دستگاه‌ها و تجهیزات

دستگاه‌های معمول آزمایشگاهی، به ویژه:

- ۱، ۱۱۱. ترازوی تحلیلی با قابلیت اندازه‌گیری حداقل تا چهار رقم اعشار
- ۲، ۱۱۱. مخازن استخراج: فلاسک‌های درپوش‌دار یا ظروف شیشه‌ای معادل آن
- ۳، ۱۱۱. لرزاننده مکانیکی مچ دست یا معادل آن
- ۴، ۱۱۱. کروماتوگراف گازی مجهز به آشکارساز شعله یونی
- ۵، ۱۱۱. ستون کروماتوگرافی گازی موئین قادر به جداسازی مجزا قله‌های حلال، قله‌های استاندارد داخلی، پروپیلن گلیکول، گلیسرول، تری اتیلن گلیکول و سایر اجزای تنباکو (مانند ستون سیلیس ذوب شده ۳۰ $m \times 0.32$ میلی متر $\times 1$ میکرومتر یا معادل آن)
- ۶، ۱۱۱. سانتریفیوژ

۱۱۲. معرف‌ها و لوازم

همه معرف‌ها باید حداقل از درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت (CAS) Chemical Abstract Services شناسایی می‌شوند.

- ۱، ۱۱۲. متانول، خلوص کروماتوگرافی [۶۷-۵۶-۱]
- ۲، ۱۱۲. گلیسرول [۵۶-۸۱-۵]
- ۳، ۱۱۲. تری اتیلن گلیکول [۱۱۲-۲۷-۶]
- ۴، ۱۱۲. پروپیلن گلیکول [۵۷-۵۵-۶]
- ۵، ۱۱۲. بوتانیدیول ۱.۳ [۱۰۷-۸۸-۰] (به عنوان استاندارد داخلی استفاده می‌شود)
- ۶، ۱۱۲. گاز حامل: هلیوم [۷-۵۹-۷۴۴۰] با خلوص کافی
- ۷، ۱۱۲. گازهای کمکی: هیدروژن [۰-۷۴-۱۳۳۳] و هوا با خلوص کافی برای یونیزاسیون شعله.

۱۱۳. تهیه ظروف شیشه‌ای

۱۱۳،۱. ظروف شیشه‌ای را تمیز و خشک کنید تا از رفع آلودگی باقی‌مانده‌ها اطمینان حاصل کنید.

۱۱۴. آماده‌سازی محلول‌ها

۱۱۴،۱. تقریباً ۲۰ گرم (± 0.05 گرم) ۱،۳-بوتانندیول وزن کنید.

۱۱۴،۲. بوتانندیول-۱،۳ اندازه‌گیری شده را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری قرار داده و با متانول به حجم اضافه کنید.

محلول استخراج (تقریباً ۲ میلی‌گرم در میلی‌لیتر):

۱۱۴،۳. مقدار ۲۰ میلی‌لیتر از موجودی ذخیره اولیه را در یک فلاسک حجمی ۲ لیتری پیچ کنید و با متانول به حجم برسانید. در صورت لزوم می‌توان حجم محلول را کم یا زیاد کرد. خوب مخلوط کنید. در دمای ۴ تا ۸ درجه سانتی‌گراد نگهداری شود.

۱۱۵. آماده‌سازی استاندارد

۱۱۵،۱. استاندارد اولیه گلیسرول (تقریباً ۱۰۰ میلی‌گرم در میلی‌لیتر):

مقدار ۱۰ گرم (± 0.05 گرم) گلیسرول را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری به دقت وزن کنید و با محلول استخراج شده به حجم مورد نظر برسانید [۹.۳].

۱۱۵،۲. استاندارد اولیه پروپیلن گلیکول (تقریباً ۵۰ میلی‌گرم در میلی‌لیتر):

مقدار ۵ گرم (± 0.05 گرم) پروپیلن گلیکول را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری به دقت وزن کنید و با محلول استخراج شده به حجم مورد نظر برسانید [۹.۳].

۱۱۵،۳. استاندارد اولیه تری اتیلن گلیکول (تقریباً ۲۵ میلی‌گرم در میلی‌لیتر):

به اندازه ۲.۵ گرم (± 0.05 گرم) تری اتیلن گلیکول را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری به دقت وزن کنید و با محلول استخراج شده به حجم مورد نظر برسانید [۹.۳].

۱۱۵،۴. استاندارد ثانویه مخلوط (۴ میلی‌گرم در میلی‌لیتر گلیسرول؛ ۳ میلی‌گرم در میلی‌لیتر پروپیلن گلیکول؛ ۱.۵ میلی‌گرم در میلی‌لیتر تری اتیلن گلیکول):

مقدار ۴ میلی لیتر از نمونه آزمایش گلیسرول [۱۰.۱] و ۶ میلی لیتر از نمونه آزمایش هر یک از موجودی ذخایر اولیه پروپیلن گلیکول [۱۰.۲] و تری اتیلن گلیکول [۱۰.۳] را در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری پیت کنید. با محلول استخراج شده [۹.۳] حجم را کامل کنید.

تمام محلول‌های استاندارد را در دمای ۴ تا ۸ درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

۱۱۵,۵. استانداردهای کاری

تمام استانداردها در فلاسک‌های حجمی در رقت‌های ذکر شده ساخته شده اند.

غلظت تقریبی تری اتیلن	غلظت تقریبی پروپیلن	غلظت تقریبی گلیسرول در محلول	غلظت تقریبی استاندارد کاری	حجم نهایی (mL)	محلول استاندارد ثانویه مخلوط (mL)	شماره
گلیکول در محلول	گلیکول در محلول	گلیکول در محلول	گلیکول در محلول			
استاندارد کاری	استاندارد کاری	استاندارد کاری	استاندارد کاری			
(mg/mL)	(mg/mL)	(mg/mL)	(mg/mL)			
۰.۰۳	۰.۰۶	۰.۰۸	۰.۰۸	۱۰	۰.۲	۱
۰.۰۸	۰.۱۵	۰.۲۰	۰.۲۰	۱۰	۰.۵	۲
۰.۱۵	۰.۳۰	۰.۴۰	۰.۴۰	۱۰	۱.۰	۳
۰.۳۰	۰.۶۰	۰.۸۰	۰.۸۰	۱۰	۲.۰	۴
۰.۶۰	۱.۲۰	۱.۶۰	۱.۶۰	۱۰	۴.۰	۵
۱.۲۰	۲.۴۰	۳.۲۰	۳.۲۰	۱۰	۸.۰	۶

جدول ۱. محلول های استاندارد کاری

جدول ۲. محلول های استاندارد کاری برای محصول کم پروپیلن گلیکول

غلظت تقریبی پروپیلن گلیکول در محلول	حجم نهایی (mL)	محلول استاندارد ثانویه مخلوط (mL)	شماره
استاندارد کاری (mg/mL)			
۰.۰۰۵	۱۰	۰.۰۱۷	۱
۰.۰۱۵	۱۰	۰.۰۵۰	۲
۰.۰۳۰	۱۰	۰.۱۰۰	۳
۰.۰۷۵	۱۰	۰.۲۵۰	۴
۰.۱۵۰	۱۰	۰.۵۰۰	۵
۰.۳۰۰	۱۰	۱.۰۰۰	۶

در فلاسک‌های حجمی با محلول استخراج شده [۹.۳] حاوی استاندارد داخلی، به حجم برسانید.

توجه: محدوده محلول‌های استاندارد را می‌توان با توجه به تجهیزات مورد استفاده و نمونه‌های مورد آزمایش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی روی حساسیت روش، تنظیم کرد.

در صورت نیاز غلظت کمتر یا بالاتر استانداردها را می‌توان با حجم مورد نیاز موجودی ذخایر ثانویه مخلوط در یک فلاسک حجمی با حلال استخراج شده تا حد کمیت کمتر یا بالاتر آماده کرد، تا به حجم ۱۰ میلی‌لیتر برسد. برای مثال پروپیلن گلیکول به جدول ۲ مراجعه کنید. در صورت لزوم تنظیم محدوده کالیبراسیون بسیار مهم است. تمام حلال‌ها و محلول‌ها باید قبل از استفاده در دمای اتاق باشند.

۱۱۶. نمونه‌گیری

۱۱۶،۱. از سیگار براساس ایزو ۸۲۴۳ [۲.۱] یا در صورت نیاز برای کاربرد خاص روش، نمونه بگیرید. روش‌های جایگزین برای به دست آوردن نمونه نماینده در صورتی که توسط مقررات خاص یا موجودی نمونه‌ها نیاز شود، استفاده شود.

۱۱۶،۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۱۱۶،۳. نمونه آزمایشگاهی را در صورت امکان به واحد اندازه‌گیری خرید و فروش جداگانه تقسیم کنید.

۱۱۶،۴. برای هر نمونه آزمایشی مقدار مساوی محصول را از حداقل [۲.۲] ۷n از واحد اندازه‌گیری خرید و فروش منحصر بفرد، بگیرید.

۱۱۶،۵. اگر هیچ واحد اندازه‌گیری خرید و فروش منحصر بفردی موجود نیست، کل نمونه آزمایشگاهی را در یک واحد ترکیب کنید.

۱۱۷. آماده‌سازی سیگار

۱۱۷،۱. پرکننده تنباکو را از سیگار یا نمونه‌های کنترل کیفیت (در صورت امکان) در دو بسته خارج کنید یا حداقل از ۱۰ گرم پرکننده تنباکوی فرآوری شده استفاده کنید.

۱۱۷،۲. پرکننده تنباکوی سیگار کافی را با هم ترکیب و مخلوط کنید تا حداقل ۱۰ گرم برای هر بخش آزمایشی تشکیل شود.

۱۱۷،۳. پرکننده تنباکوی سیگار را با آسیاب کردن همگن کنید و در یک بطری یا ظرف کهربایی در بسته نگهداری کنید. نمونه را به چند قسمت تقسیم کنید.

۱۱۸. آماده‌سازی دستگاه دود کننده

قابل اجرا نیست.

۱۱۹. تولید نمونه

قابل اجرا نیست.

۱۲۰. آماده‌سازی نمونه

۱۲۰،۱. به اندازه ۴ گرم از نمونه سنجش آسیاب شده و مخلوط شده را بردارید و آن را با دقت ۰.۰۰۱ گرم در یک فلاسک استخراج مناسب وزن کنید.

۱۲۰،۲. نمونه سنجش را با ۵۰ میلی لیتر محلول استخراج مخلوط کنید [۹.۳].

توجه: وزن نمونه و ضریب رقت ممکن است با توجه به غلظت مواد جاذب رطوبت یا در دسترس بودن نمونه تنظیم شود.

۱۲۰،۳. فلاسک‌ها را ببندید و آنها را روی یک شیکر مشابه با حرکت مچ دست یا معادل آن با حداقل سرعت ۲۱۰ دور در دقیقه به مدت حداقل ۶۰ دقیقه قرار دهید.

۱۲۰،۴. نمونه‌ها را از شیکر خارج کرده و فلاسک‌ها را بچرخانید تا تمام توتون حل شود.

۱۲۰،۵. نمونه‌ها را به حال خود رها کنید تا مایع رویی شفاف شود. به عنوان روش جایگزین، می‌توانید از سانتریفیوژ استفاده کنید.

۱۲۰،۶. مایع رویی را به ویال نمونه‌برداری خودکار منتقل کنید و روی کروماتوگرافی گازی آنالیز کنید.

۱۲۱. تجزیه و تحلیل نمونه

این روش شامل کروماتوگرافی گازی همراه با یک آشکارساز یونیزاسیون شعله یا طیف‌سنجی جرمی برای کمی‌سازی مواد جاذب رطوبت در تنباکوی پرکننده سیگار است. آنالیت‌ها از تداخل بالقوه روی ستون جدا می‌شوند. از مقایسه مساحت مجهولات با سطح غلظت‌های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت‌های منفرد به دست می‌آید.

۱۲۱،۱. شرایط عملیاتی کروماتوگرافی گازی: مثال

ستون کروماتوگراف گازی: سیلیس ذوب شده DB-Wax، ۳۰ متر $\times$ ۰.۳۲ میلی متر قطر داخلی $\times$ ۲۵.۰ میکرومتر

پوشش: DB-Wax یا معادل آن

- گاز حامل: هلیوم با سرعت جریان ۱۸ میلی لیتر در دقیقه
- حجم تزریق: ۱ میکرولیتر
- حالت تزریق: تقسیم ۲۵:۱
- برنامه دما:
- دمای تزریق: ۲۲۰ درجه سانتی گراد
- دمای آشکارساز: ۱۲۰ درجه سانتی گراد، ۳ دقیقه نگه دارید
- نرخ: ۱۰ درجه سانتی گراد در دقیقه تا ۱۸۰ درجه سانتی گراد، به مدت ۱۱ دقیقه نگه دارید
- کل اجرا: ۲۰ دقیقه
- توجه:** ممکن است نیاز باشد پارامترهای عملیاتی با توجه به شرایط ابزار و ستون و وضوح قله‌های کروماتوگرافی تنظیم شوند.
- ۱۲۱،۲. زمان‌های ماند مورد انتظار
- ۱۲۱،۲،۱. برای شرایط شرح داده شده در اینجا، توالی مورد انتظار شستشو پروپیلن گلیکول، ۱،۳- بوتانیدیول (استاندارد داخلی)، گلیسرول و تری اتیلن گلیکول خواهد بود.
- ۱۲۱،۲،۲. تفاوت‌ها در مثال. دما، سرعت جریان گاز یا سن ستون ممکن است زمان ماند را تغییر دهد.
- ۱۲۱،۲،۳. ترتیب شستشو و زمان ماند باید قبل از شروع تجزیه و تحلیل تأیید شود.
- ۱۲۱،۳. تعیین مواد جاذب رطوبت
- ترتیب مراحل تعیین، مطابق با روش‌های هر آزمایشگاه تعیین می‌شود. موارد زیر به عنوان راهنما ارائه شده است:
- ۱۲۱،۳،۱. سیستم را درست قبل از استفاده با تزریق دو مقدار ۱ میکرولیتری از محلول نمونه به عنوان پرایمر آماده کنید.
- ۱۲۱،۳،۲. یک استاندارد (محلول استخراج [۹.۳]) تحت شرایط مشابه نمونه‌ها، برای تأیید عملکرد سیستم کروماتوگرافی گازی تزریق کنید.
- ۱۲۱،۳،۳. یک محلول بلانک (حلال [۷.۱]) برای بررسی آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.

۱۲۱,۳,۴. مقدار کمی از هر محلول استاندارد [۱۰.۵] را به کروماتوگرافی گازی تزریق کنید.

۱۲۱,۳,۵. زمان ماند و پاسخ (شمارش مساحت) استانداردها را ارزیابی کنید. اگر زمان‌های ماند مشابه ± 0.2 (دقیقه) با زمان‌های ماند در تزریق‌های قبلی باشد و پاسخ‌ها در ۲۰ درصد پاسخ‌های معمولی در تزریق‌های قبلی باشد، سیستم آماده انجام آنالیز است. اگر پاسخ‌ها خارج از مشخصات هستند، از اقدامات بعدی مطابق با خط‌مشی هر آزمایشگاه استفاده کنید.

۱۲۱,۳,۶. ناحیه قله هریک از مواد جاذب رطوبت و استاندارد داخلی را ثبت کنید.

۱۲۱,۳,۷. ضریب پاسخ نسبی (RF) را به عنوان نسبت بین نواحی قله مواد جاذب رطوبت و استاندارد داخلی محاسبه کنید. $RF = \text{Ahumectants} / \text{AIS}$ برای هر محلول استاندارد جاذب رطوبت، از جمله بلانک‌های حلال.

۱۲۱,۳,۸. غلظت جاذب‌های رطوبت اضافه شده (محور X) را مطابق با نسبت‌های مساحت (RF، محور Y) ترسیم کنید.

۱۲۱,۳,۹. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی‌داری با صفر داشته باشد.

۱۲۱,۳,۱۰. منحنی استاندارد باید در کل محدوده خطی باشد.

۱۲۱,۳,۱۱. یک معادله رگرسیون خطی ($Y = a + bX$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) استفاده کنید. اگر ضریب رگرسیون خطی R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر هر نقطه کالیبراسیون بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (برآورد شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، آن نقطه باید حذف شود.

کنترل کیفیت‌ها و نمونه‌ها را تزریق کنید و نواحی قله را با نرم‌افزار ابزار مناسب تعیین کنید.

۱۲۱,۳,۱۲. سیگنال‌ها (نواحی قله) به دست آمده برای تمام بخش‌های سنجش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرند. در غیر این صورت، راه حل‌ها باید تنظیم شوند.

برای کروماتوگرام‌های نماینده به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۱۲۲. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۱۲۲,۱. دو نمونه تکراری از عصاره‌های نمونه را در شرایط یکسان تزریق کنید.

۱۲۲,۲. برای هر بخش آزمایش، نسبت پاسخ هر جاذب رطوبت (گلیسرول، پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول) به پاسخ استاندارد داخلی (Y_t) را از ناحیه قله محاسبه کنید.

۱۲۲,۳. برای هر جاذب رطوبت (گلیسرول، پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول)، غلظت را بر حسب میلی گرم در میلی لیتر برای هر بخش آزمایشی از ضرایب رگرسیون خطی $m_t = (Y_t - a) / b$ محاسبه کنید.

۱۲۲,۴. برای هر جاذب رطوبت (گلیسرول، پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول)، محتوای m_h نمونه تنباکو را بر حسب میلی گرم در گرم از معادله زیر محاسبه کنید:

$$m_h = \frac{m_t * V_e}{m_o}$$

که در آن:

m_h محتوای جاذب رطوبت (گلیسرول، پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول) بر حسب میلی گرم در گرم است.

m_t غلظت هر جاذب رطوبت (گلیسرول، پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول) در محلول آزمایش، بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر است.

V_e حجم محلول استخراج، بر حسب میلی لیتر است.

m_o جرم بخش آزمایشی بر حسب گرم است.

۱۲۳. اقدامات احتیاطی خاص

۱۲۳,۱. پس از نصب یک ستون، آن را مطابق با دستورالعمل سازنده آماده کنید و سپس عصاره نمونه تنباکو را تحت شرایط ابزار توصیف شده در بالا تزریق کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) هر دو جاذب رطوبت (پروپیلن گلیکول، گلیسرول، تری اتیلن گلیکول) و استاندارد داخلی قابل تکرار باشند. این تقریباً به چهار تزریق نیاز دارد.

۱۲۳,۲. توصیه می شود که اجزای با نقطه جوش بالا از ستون کروماتوگرافی گازی پس از هر مجموعه (سری) نمونه با بالا بردن دمای ستون تا ۲۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه پاک سازی شوند.

۱۲۳,۳. هنگامی که سطح قله (یا ارتفاع) استاندارد داخلی به طور قابل توجهی بیشتر از حد انتظار است، توصیه می شود که نمونه توتون بدون استاندارد داخلی در محلول استخراج، استخراج شود. این امر امکان

تعیین اینکه آیا هر جزء با استاندارد داخلی شسته می شود یا خیر، کاری را که به طور مصنوعی مقادیر کمتری را برای مواد جاذب رطوبت ایجاد می کند، فراهم می کند.

۱۲۴. گزارش داده ها

۱، ۱۲۴. هر یک از اندازه گیری ها را برای هر یک از نمونه های ارزیابی شده، گزارش کنید.

۲، ۱۲۴. نتایج را به صورت میلی گرم در گرم تنباکو یا متناسب با نیاز، گزارش کنید.

۱۲۵. کنترل کیفیت

۱، ۱۲۵. پارامترهای کنترل

نکته ۱: در صورتی که اندازه گیری های کنترلی خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، بررسی های مناسب را انجام داده و اقدام نمایید.

نکته ۲: روش های اضافی تضمین کیفیت باید مطابق با رویه هر آزمایشگاه مورد استفاده قرار گیرد.

۲، ۱۲۵. معرف آزمایشگاهی بلانک

برای تشخیص آلودگی بالقوه در حلال ها یا مواد شیمیایی، یک نمونه از معرف آزمایشگاهی که در بند ۱۶.۳.۱ توضیح داده شده است، اضافه کنید. بلانک شامل تمام معرف ها و مواد مورد استفاده در تهیه بخش های آزمایشی است و مانند نمونه آزمایشی آنالیز می شود. نتیجه باید کمتر از حد تشخیص باشد.

۳، ۱۲۵. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید پایایی کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع (یا یک نمونه کنترل کیفیت مناسب) را مطابق با رویه های هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل کنید.

۴، ۱۲۵. نمونه های کنترل کیفیت اضافی ممکن است براساس خط مشی هر آزمایشگاه اضافه شود.

۱۲۶. روش مشخصات عملکرد

۱، ۱۲۶. حد گزارش دهی

حد گزارش بر روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون تنظیم شده است که مجدداً به میلی گرم در گرم محاسبه می شود (با ۰.۰۸ میلی گرم در میلی لیتر برای گلیسرول، ۰.۰۶ میلی گرم در میلی لیتر برای پروپیلن گلیکول و ۰.۰۳ میلی گرم

در میلی لیتر برای تری اتیلن گلیکول به عنوان کمترین غلظت). بنابراین حد گزارش ۱.۰ میلی گرم در گرم برای گلیسرول است.

مقدار ۰.۷۵ میلی گرم در گرم برای پروپیلن گلیکول و ۰.۳۷۵ میلی گرم در گرم برای تری اتیلن گلیکول.

برای محلول‌های استاندارد کاری پروپیلن گلیکول (جدول ۲)، حد گزارش‌دهی به کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون تنظیم شده است که مجدداً ۰.۰۶۳ میلی گرم بر گرم محاسبه می‌شود. (در ۰.۰۰۵ میلی گرم در میلی لیتر، حد گزارش ۰.۰۶۳ میلی گرم در گرم است).

۱۲۶،۲. بازیابی ماتریس تقویت شده توسط آزمایشگاه

بازیابی آنالیت اسپایک‌شده به ماتریس به عنوان یک اندازه‌گیری جایگزین برای دقت استفاده می‌شود. با اسپایک کردن مقادیر شناخته شده استانداردها در تنباکو و استخراج تنباکو به همان روشی که برای نمونه‌ها وجود دارد، تعیین می‌شود. تنباکوی اسپایک‌نشده نیز مورد تجزیه و تحلیل قرار می‌گیرد. بازیابی از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

بازیابی (%) = $100 \times (\text{نتیجه تجزیه} - \text{نتیجه اسپایک نشده}) / \text{مقدار اسپایک شده}$

تری اتیلن گلیکول			گلیسرول			پروپیلن گلیکول		
میانگین	افزایش یافته	مقدار	میانگین	افزایش یافته	مقدار	میانگین	افزایش یافته	مقدار
(میلی گرم / گرم)	(میلی گرم / گرم)	(درصد)	(میلی گرم / گرم)	(میلی گرم / گرم)	(درصد)	(میلی گرم / گرم)	(میلی گرم / گرم)	(درصد)
۷۰.۵	۱۱۴	۰۰.۵	۴۷.۵	۱۰۹	۰۰.۵	۹۴.۴	۹۹	۰۰.۵
۰۵.۱۱	۱۱۰	۰۰.۱۰	۰۴.۱۰	۱۰۰	۰۰.۱۰	۸۷.۹	۹۹	۰۰.۱۰
۷۶.۲۰	۱۰۴	۰۱.۲۰	۷۴.۱۹	۹۹	۰۲.۲۰	۶۴.۱۹	۹۸	۰۰.۲۰

جدول ۳. میانگین بازیافت ماتریس تقویت شده در آزمایشگاه

۱۲۶،۳. ویژگی تحلیلی

زمان ماند آنالیت مورد نظر برای تأیید ویژگی تحلیلی استفاده می شود. محدوده مشخصی از نسبت های پاسخ جزء به جزء استاندارد داخلی کنترل کیفیت تنباکوی سیگار برای تأیید ویژگی نتایج برای یک نمونه ناشناخته استفاده می شود.

۱۲۶،۴. خطی بودن

منحنی های کالیبراسیون جاذب های رطوبت در محدوده غلظت استاندارد خطی هستند: ۰.۰۸-۳.۲ میلی گرم در میلی لیتر برای گلیسرول، ۰.۰۵-۰.۳۰ میلی گرم در میلی لیتر برای پروپیلن گلیکول و ۰.۰۳-۱.۲ میلی گرم در میلی لیتر برای تری اتیلن گلیکول.

۱۲۶،۵. تداخل احتمالی

در زمان اعتبارسنجی، هیچ مؤلفه شناخته شده ای وجود نداشت که به دلیل زمان های نگهداشت مشابه پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول، گلیسرول یا استاندارد داخلی (۱،۳-بوتاندیول) تداخل ایجاد کند.

۱۲۷. تکثیرپذیری و تکرارپذیری

یک مطالعه مشترک بین المللی با آشکارساز یونی شعله [۲.۳] که در سال های ۲۰۱۲ تا ۲۰۱۴ توسط ۱۳ آزمایشگاه و با هفت نمونه (پنج سیگار مرجع و دو برند تجاری سیگار) و مطابق با راک ۲ (تبلنت سازمان جهانی بهداشت) [۲.۴] انجام شد، مقادیر زیر را به دست آورد. برای این روش:

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه‌های تنباکوی مچ شده توسط کارور و تجهیزات مشابه در کوتاه‌ترین زمان ممکن تکرارپذیری، ۲— به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های تنباکوی مچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R— به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

یک مطالعه مشترک با تشخیص طیف‌سنجی جرمی، که در سال‌های ۲۰۱۲ تا ۲۰۱۴ توسط هفت آزمایشگاه و با هفت نمونه (پنج سیگار مرجع و دو مارک سیگار تجاری) انجام شد، مقادیر معادل را به دست آورد (ضمیمه ۲).

نتایج سنجش مطابق با ایزو ۵۷۲۵-۱ [۲.۵] و ایزو ۵۷۲۵-۲ [۲.۶] برای تعیین محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری نشان داده شده در جداول ۴ تا ۶ برای کروماتوگرافی گازی-آشکارساز یونی شعله، از نظر آماری تجزیه و تحلیل شد. محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای کروماتوگرافی گازی در تحلیل‌های انحراف استاندارد میانگین در جداول الف ۲.۲ تا الف ۴.۲ در پیوست ۲ نشان داده شده است.

جدول ۴. محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای تعیین پروپیلن گلیکول در تنباکو از مواد مرجع آزمایش و سیگارهای تجاری با استفاده از کروماتوگرافی گازی - آشکارساز یونی شعله

سیگارهای مرجع	n*	$\hat{m} \left(\frac{mg}{g} \right)$	حد تکثیرپذیری $\left(\frac{mg}{g} \right) (r)$	حد تکرارپذیری $(R) \left(\frac{mg}{g} \right)$
1R5F	۱۲	۰/۲۳۱	۰/۰۰۱	۰/۰۰۵
3R4F	۱۲	۰/۱۸۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۱
CM6	۱۲	۰/۱۴۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۴
سیگار تجاری ۱	۱۲	۵/۴۹۶	۰/۲۴۴	۱/۹۷۲
سیگار تجاری ۲	۱۲	۰/۰۷۸	۰/۰۰۰	۰/۰۰۱

* نتایج در یک مجموعه داده به دلیل پرت بودن حذف شدند.

جدول ۵. محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای تعیین مقدار گلیسرول در تنباکو از مواد مرجع آزمایش و سیگارهای تجاری با استفاده از کروماتوگرافی گازی - آشکارساز یونی شعله

سیگارهای مرجع	n*	$\hat{m} \left(\frac{mg}{g} \right)$	حد تکثیرپذیری $\left(\frac{mg}{g} \right) (r)$	حد تکرارپذیری $(R) \left(\frac{mg}{g} \right)$
1R5F	۱۱	۲۱/۶۰۳	۱/۴۹۰	۶/۰۸۲
3R4F	۱۱	۲۱/۲۰۳	۱/۲۹۹	۷/۶۳۸
CM6	۱۱	۱/۲۶۰	۰/۰۰۶	۰/۰۶۳
سیگار تجاری ۱	۱۱	۱۴/۳۷۶	۰/۶۴۸	۳/۶۲۱
سیگار تجاری ۲	۱۱	۱/۲۲۲	۰/۰۱۵	۰/۰۴۹

* نتایج در یک مجموعه داده به دلیل پرت بودن حذف شدند.

جدول ۶. محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای تعیین مقدار تری اتیلن گلیکول در تنباکو از مواد مرجع آزمایش با استفاده از کروماتوگرافی گازی - آشکارساز یونی شعله

سیگارهای مرجع	n*	$\hat{m} \left(\frac{mg}{g} \right)$	حد تکثیرپذیری $\left(\frac{mg}{g} \right) (r)$	حد تکرارپذیری $(R) \left(\frac{mg}{g} \right)$
نمونه TG شماره یک	۱۲	۰/۸۹۱	۰/۲۰۷	۰/۴۰۹
نمونه TG شماره دو	۱۱	۸/۰۷۸	۱/۵۶۵	۲/۶۲۱

* نتایج در یک مجموعه داده برای نمونه TG شماره ۱ حذف شد، و نتایج در دو مجموعه داده برای نمونه TG شماره ۲ حذف شد، زیرا آنها پرت بودند.

۱۲۸. گزارش نتایج سنجش

اطلاعات زیر باید در گزارش سنجش درج شود:

الف. ارجاع به این روش، مانند راک شماره ۶ (تبلنت سازمان جهانی بهداشت)

ب. تاریخ دریافت نمونه

پ. نتایج و واحدهای آن

پیوست ۱. نمونه‌ای از کروماتوگرافی گازی - کروماتوگرافی آشکارساز یونی شعله یک محلول استاندارد

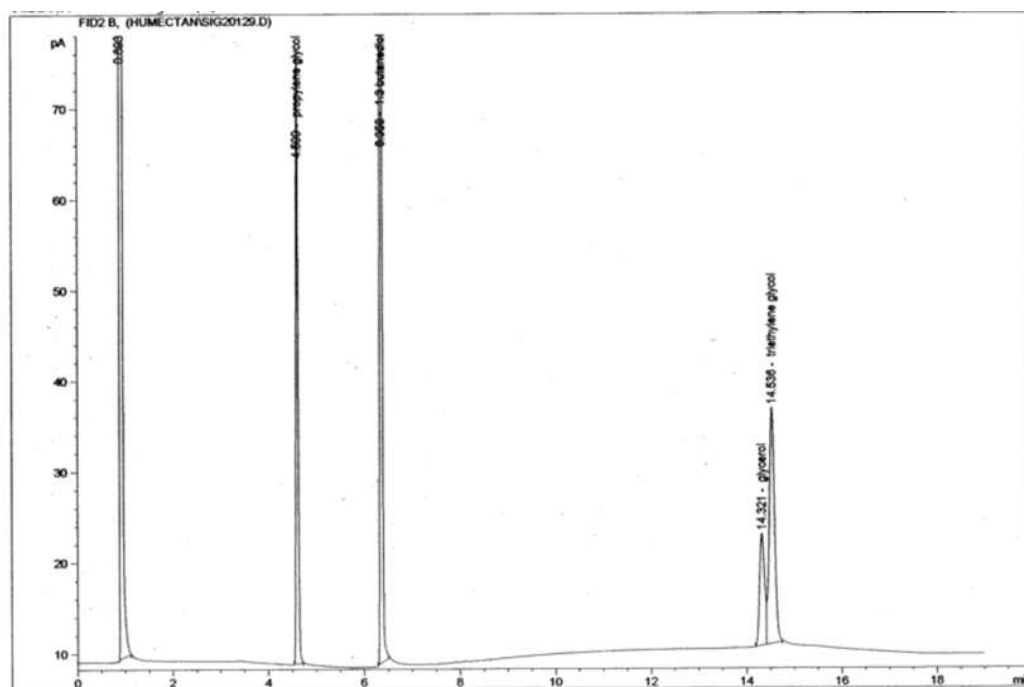
ترتیب شستشوی مرطوب کننده‌ها:

۱. پروپیلن گلیکول

۲. ۳،۱ بوتاندیول (استاندارد داخلی)

۳. گلیسرول

۴. تری اتیلن گلیکول



Instrument 1 11/23/2011 3:48:12 AM B. SOURABIE

پیوست ۲. نکات اصلی در هنگام استفاده از آشکارساز طیف سنج جرمی به جای آشکارساز یونی شعله

الف ۱.۱.۲ خلاصه روش اجرایی

این روش یک روش کروماتوگرافی گازی با ستون سیلیکا و آشکارساز طیف سنجی جرمی است. ۴ گرم پرکننده تنباکوی آسیاب شده را با ۵۰ میلی لیتر حلال استخراجی مبتنی بر متانول روی یک شیکر مکانیکی به مدت ۶۰ دقیقه قرار دهید. ۲ میلی لیتر از عصاره نمونه را روی کارتریج استخراج پراکندگی فاز جامد حاوی ۱۵۰ میلی گرم $MgSO_4$ بی آب و ۲۵ میلی گرم نرمال پروپیل اتیلن دی آمین پیست کنید. کارتریج را در نوسانگر گردابی در ۲۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۲ دقیقه قرار دهید و در صورت لزوم آن را با سرعت ۱۰۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱۰ دقیقه سانتریفیوژ کنید. مایع رویی را به ویال نمونه برداری خود کار منتقل کنید و روی کروماتوگرافی گازی تجزیه و تحلیل کنید.

الف ۲.۱.۲ تجهیزات آزمایشگاهی

ترازووی تحلیلی با قابلیت اندازه گیری حداقل تا چهار رقم اعشار

فلاسک ارلن ۱۲۵ میلی لیتری با درپوش یا معادل آن

فلاسک های حجمی ۱۰ میلی لیتری، ۱۰۰ میلی لیتری و ۲۰۰۰ میلی لیتری

پیست ۲۰ میلی لیتری برای تهیه حلال استخراج

پیست های حجمی برای تهیه محلول های استاندارد (اندازه های مختلف)

پیست های انتقالی یکبار مصرف Brinkmann Dispenser ۱۰ تا ۵۰ میلی لیتری، یا معادل آن

ویال ها و درپوش های نمونه بردار خود کار ۲ میلی لیتری با دیواره های تفلون

فیلتر غشایی ۰/۲۲ میکرومتر

نوسانگر گردابه ساز

سانتریفیوژ

تجزیه کننده پرسرعت

صفحه نمایش ۰/۴۵ میلی متری

کروماتوگراف گازی مجهز به طیف سنج جرمی

ستون کروماتوگرافی گازی موین قادر به جداسازی مشخص پیک‌ها برای حلال، استاندارد داخلی، پروپیلن گلیکول، گلیسرول، تری اتیلن گلیکول و سایر اجزای تنباکو (مانند ستون سیلیکا ذوب شده DB-Wax ۳ متری $\times$ ۳۲ میلی‌متر $\times$ ۱ میکرومتر یا معادل آن)

الف ۳.۱.۲ مواد و معرف ها

در صورت لزوم موارد زیر را اضافه کنید

الف ۱.۳.۱.۲ $MgSO_4$ بی آب [۷۴۸۷-۸۸-۹]

الف ۲.۳.۱.۲ نرمال-پروپیل اتیلن دی آمین [۱۱۱-۳۹-۷]

توجه: الف ۱.۳.۱ و الف ۲.۳.۱ را می‌توان با یک کارتريج استخراج پراکندگی فاز جامد تجاری حاوی ۱۵۰ میلی گرم $MgSO_4$ بی آب [۷۴۸۷-۸۸-۹] و ۲۵ میلی نرمال-پروپیل اتیلن دی آمین [۱۱۱-۳۹-۷] جایگزین کرد.

الف ۴.۱.۲ آماده‌سازی استاندارد ها

در مورد روش آشکارسازی یونی شعله-کروماتوگرافی گازی [۵.۱۰ - ۱.۱۰]

الف ۵.۱.۲ آماده‌سازی نمونه

الف ۱.۵.۱.۲. به اندازه ۱-۲ میلی‌لیتر از عصاره نمونه را روی کارتريج استخراج پراکندگی فاز جامد حاوی ۱۵۰ میلی گرم $MgSO_4$ بی آب و ۲۵ میلی گرم نرمال پروپیل اتیلن دی آمین را در صورت نیاز پیست کنید.

الف ۲.۵.۱.۲. لوله را با سرعت ۲۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۲ دقیقه در یک نوسانگر گردابی قرار دهید، سپس آن را با سرعت ۱۰۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱۰ دقیقه سانتریفیوژ کنید. مایع رویی را از طریق یک غشای ۰/۲۲ میکرومتری از یک فیلتر سرنگ فیلتر کنید تا شفاف شود.

الف ۳.۵.۱.۲. مایع رویی را به یک ویال نمونه‌برداری خودکار منتقل کنید و با کروماتوگرافی گازی آنالیز کنید.

الف ۶.۱.۲ تجزیه و تحلیل نمونه

الف ۱.۶.۱.۲ شرایط عملیاتی کروماتوگراف گازی

حالت تزریق: تقسیم، نسبت ۱:۱۰۰

ستون: DB-WAX، ۳۰ متر $\times$ ۰/۲۵ میلی‌متر $\times$ ۱/۰ میکرومتر آشکارساز: طیف‌سنج جرمی

گاز حامل: هلیوم با سرعت جریان ۱/۰ میلی‌لیتر در دقیقه

برنامه دما:

تزریق کننده: ۲۵۰ درجه سانتی گراد

دمای شروع: ۹۰ درجه سانتی گراد، ۰ دقیقه نگه دارید

سرعت: ۱۵ درجه سانتی گراد بر دقیقه تا ۱۸۰ درجه سانتی گراد، برای ۸ دقیقه نگه دارید. ۵۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه تا ۲۳۰ درجه سانتی گراد و در این دما به مدت ۵ دقیقه نگه دارید. پس از اجرا در ۲۵۰ درجه سانتی گراد برای ۱۰ دقیقه قرار دهید.

کل زمان اجرا: ۱۷ دقیقه

شرایط نمونه گیری خودکار: حجم تزریق: ۱/۰ میکرولیتر

الف ۲.۶.۱.۲ شرایط عملیاتی طیف سنج جرمی

دمای خط انتقال: ۲۸۰ درجه سانتی گراد

حالت یونیزاسیون: یونیزاسیون الکترواسپری

ولتاژ یونیزاسیون: ۷۰ eV

دمای منبع یون: ۲۵۰ درجه سانتی گراد

دمای چهار قطبی: ۱۵۰ درجه سانتی گراد

تاخیر حلال: ۳ دقیقه

توجه: این شرایط عملیاتی کروماتوگرافی گازی-طیف سنجی جرمی باید برای بدست آوردن وضوح صحیح پیک‌های گلیسرول، تری اتیلن گلیکول و پروپیلن گلیکول تطبیق داده شده است. یک کروماتوگرام معمولی (کروماتوگرام یون کل) در پیوست ۳ نشان داده شده است.

جدول الف ۲.۱ سنجش کمی و کیفی یون‌های جاذب رطوبت و استاندارد داخلی

مقدار رطوبت	مقدار کیفی یون‌ها	مقدار کیفی ثانویه یون‌ها	مقدار کیفی یون‌ها (نسبت فراوانی)
گلیسرول	۶۱	۴۳	۶۱:۴۳ (۱۰۰:۷۹)
تری اتیلن گلیکول	۴۵	۸۹	۴۵:۸۹ (۱۰۰:۱۹)
پروپیلن گلیکول	۴۵	۴۳	۴۵:۴۳ (۱۰۰:۲۰)
۳،۱ بوتان‌دی‌ال	۷۲	۴۳	۷۲:۴۳ (۱۰۰:۲۸)

جدول الف ۲.۲ محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای تعیین پروپیلن گلیکول در تنباکو در مواد مرجع آزمایش با کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی

سیگارهای مرجع	n*	$\hat{m}$	حد تکرارپذیری (mg/g) r	حد تکثیرپذیری (mg/g) R
1R5F	۶	۰/۲۱۵	۰/۰۰۱	۰/۰۰۳
3R4F	۶	۰/۱۷۹	۰/۰۰۰	۰/۰۰۱
CM6	۶	۰/۱۱۳	۰/۰۰۰	۰/۰۰۲
سیگار تجاری ۱	۶	۶/۳۱۰	۰/۱۲۸	۰/۶۶۸
سیگار تجاری ۲	۶	۰/۰۳۷	۰/۰۰۰	۰/۰۰۱

* نتایج در یک مجموعه داده به دلیل پرت بودن حذف شدند

جدول الف ۳.۲ محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای تعیین گلیسرول در تنباکو در مواد مرجع آزمایش با کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی

حد تکرارپذیری	حد تکثیرپذیری			سیگارهای مرجع
(mg/g)	(mg/g)	$\hat{m}$	n^*	
R	r			
۱/۹۴۱	۰/۶۵۹	۲۱/۱۴۷	۵	1R5F
۱/۳۳۱	۰/۷۱۵	۲۱/۵۱۰	۵	3R4F
۰/۱۰۶	۰/۰۰۶	۱/۴۶۶	۵	CM6
۱/۱۶۴	۰/۵۱۲	۱۴/۷۶۲	۵	سیگار تجاری ۱
۰/۱۱۰	۰/۰۰۵	۱/۴۵۷	۵	سیگار تجاری ۲

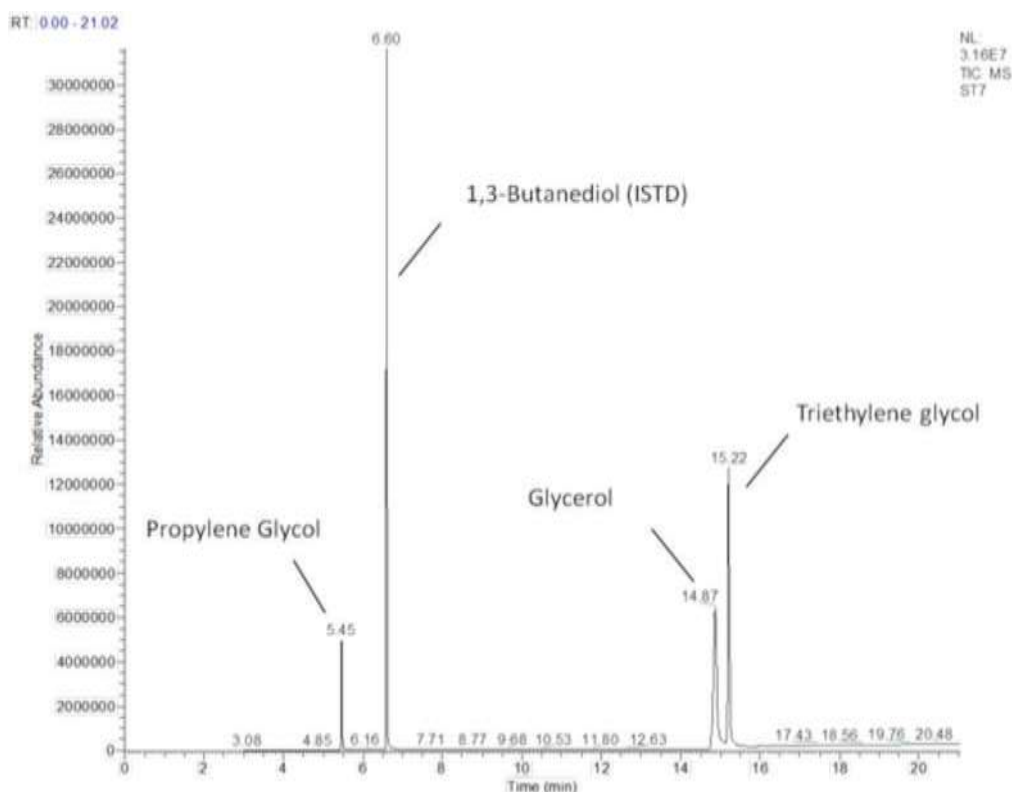
* نتایج در دو مجموعه داده به دلیل پرت بودن حذف شدند.

جدول الف ۴.۲ محدودیت‌های تکرارپذیری و تکثیرپذیری برای تعیین تری اتیلن گلیکول در تنباکو مواد مرجع آزمایش با استفاده از کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی

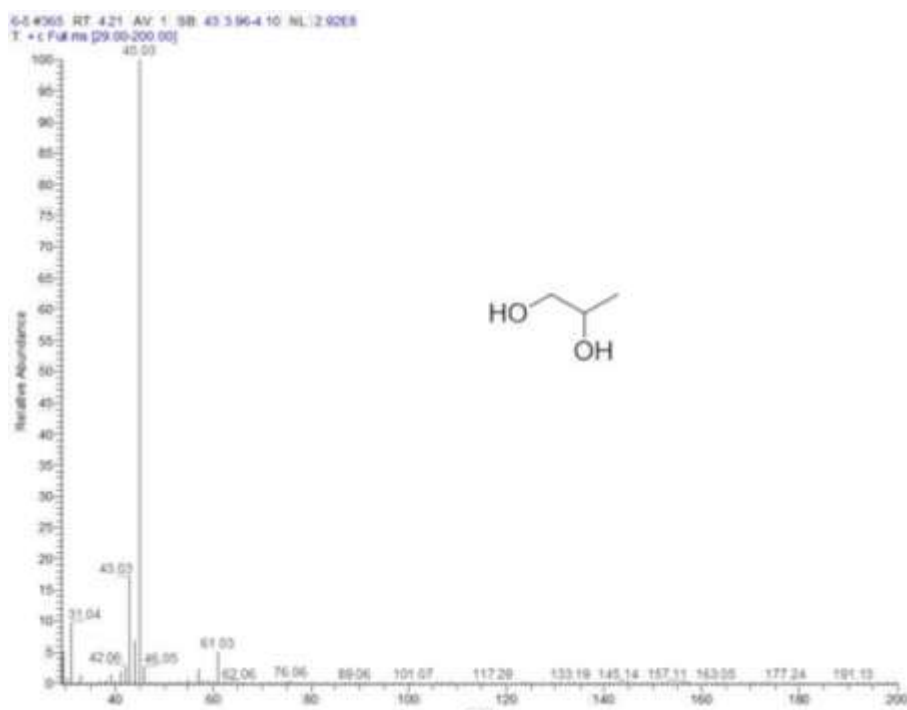
حد تکرارپذیری	حد تکثیرپذیری			سیگارهای مرجع
(mg/g)	(mg/g)	$\hat{m}$	n^*	
R	r			
۰/۰۱۰	۰/۰۰۶	۰/۹۷۱	۶	نمونه TG شماره ۱
۰/۶۱۷	۰/۱۸۹	۸/۴۵۰	۶	نمونه ۲ TG شماره

* نتایج در یک مجموعه داده به دلیل پرت بودن حذف شدند

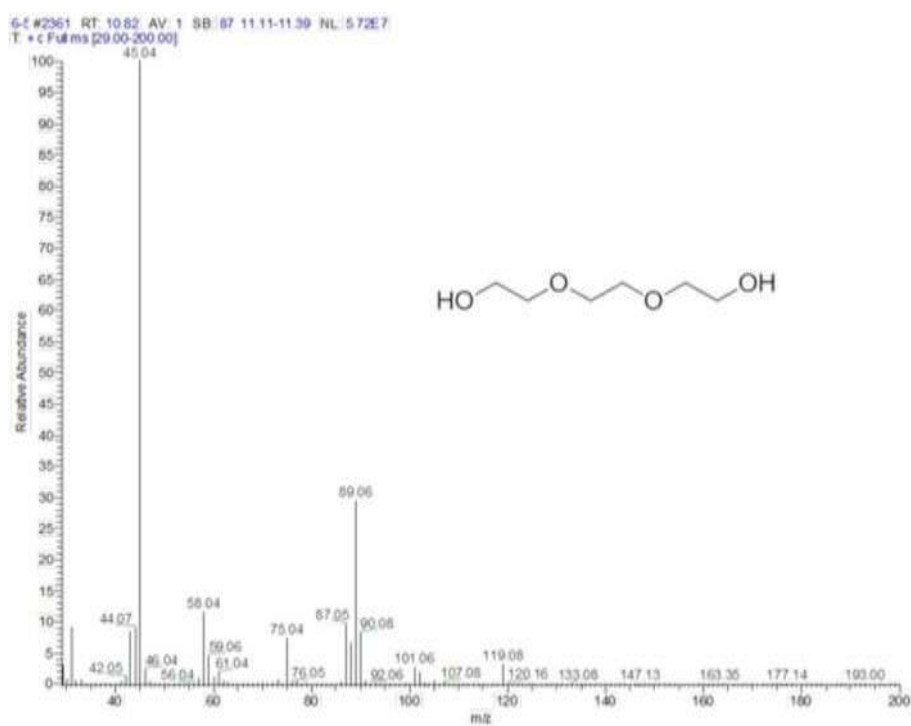
پیوست ۳. نمونه‌ای از کروماتوگرافی به دست آمده با طیف‌سنجی جرمی



شکل الف ۳.۱ کروماتوگرام محلول استاندارد ۱



شکل آلف ۳.۲ طیف جرمی پروپیلن گلیکول در حالت اسکن



شکل الف ۳.۳ طیف جرمی تری اتیلن گلیکول در حالت اسکن

شماره: راک ۰۷

تاریخ: جولای ۲۰۱۶



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار

تعیین آمونیاک در پرکننده تنباکو سیگار

روش:	تعیین آمونیاک در پرکننده توتون سیگار
آنالیت‌ها:	آمونیاک (CAS #۷۴۱۷۶۶۴)
ماتریس:	پرکننده توتون سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	جولای ۲۰۱۶

اطلاعات فهرست نویسی در انتشارات سازمان جهانی بهداشت

- روش انجام کار برای تعیین آمونیاک در پرکننده توتون سیگار، روش رسمی تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۷
۱. تجزیه و تحلیل - محصولات تنباکو، ۲. تجزیه و تحلیل - دود، ۳. مواد کمکی - مواد سمی، ۴. مواد سمی - آمونیاک، ۵. سنجش مواد سمی، شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

ISBN 978 92 4 151046 2 (QV 137 :NLM طبقه بندی)

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۶

تمامی حقوق محفوظ است. انتشارات سازمان جهانی بهداشت در این سایت در دسترس است: وب سایت سازمان جهانی بهداشت (www.who.int)

یا می توانید از WHO Press، به آدرس زیر خریداری کنید:

سوئیس، ۱۲۱۱ ژنو ۲۷، خیابان آپیا ۲۰، سازمان جهانی بهداشت

تلفن: ۷۹۱ ۳۲۶۴ (۲۲) +۴۱، فکس: ۷۹۱ ۴۸۵۷ (۲۲) +۴۱، ایمیل: bookorders@who.int

درخواست مجوز برای تکثیر یا ترجمه نشریات سازمان جهانی بهداشت - چه برای فروش یا برای توزیع غیر تجاری - باید به آدرس WHO Press از طریق وب سایت سازمان جهانی بهداشت به آدرس زیر ارسال شود:

http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html

نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت حقوقی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مقامات آن، یا در مورد تحدید حدود نیست. خطوط نقطه دار روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهند که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد.

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت نسبت به سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه شده اند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

تمام اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت در هیچ موردی مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس

شماره: راک ۰۷

تاریخ: جولای ۲۰۱۶

ذکر شرکت‌های خاص یا محصولات تولیدکنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده‌اند تأیید یا توصیه می‌شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می‌شود.

هیچ رژیم دستگاه دودکننده نمی‌تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دودکننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه‌گیری‌های ماشینی به سیگاری‌ها می‌تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده‌های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه‌گیری‌های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده‌ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت‌ها در اندازه‌گیری‌های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۰۷

تاریخ: جولای ۲۰۱۶

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دبلیواچاو) به عنوان روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری نیکوتین در پرکننده توتون سیگار تهیه شده است

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. کنفرانس اعضا (سی او پی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دبلیواچاو اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
 - آمونیاک
 - مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))
- اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه مواد منتشره زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴۰ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (انان‌کی)

• نرمال-نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکريل آلدهید (آکرولئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

دریچه‌های تهویه فیلتر	حجم پک (ml)	رژیم دود کردن
بدون تغییر	هر ۶۰ ثانیه یکبار	رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد
تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪ همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.	هر ۳۰ ثانیه یکبار	رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است

این راک برای توصیف دستورالعمل تعیین نیکوتین در پرکننده توتون سیگار تهیه شد.

۱۲۹. محدوده

این روش انجام کار برای تعیین مقدار کمی آمونیاک در پرکننده تنباکوی سیگار با کروماتوگرافی گازی یونی مناسب است.

۱۳۰. منابع

۱۳۰، ۱. ایزو ۸۲۴۳: سیگار - نمونه گیری.

۱۳۰، ۲. دفتر مبارزه با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد. دستورالعمل نمونه گیری دارویی نماینده وین: بخش آزمایشگاهی و علمی. ۲۰۰۹

(http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf).

۱۳۰، ۳. ایزو ۵۷۲۵-۱: صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه گیری - قسمت ۱: اصول و تعاریف کلی.

۱۳۰، ۴. ایزو ۵۷۲۵-۲: صحت (راستی و دقت) یا روش‌ها و نتایج اندازه گیری - قسمت ۲: روش اساسی برای تعیین تکرار پذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه گیری استاندارد.

۱۳۰، ۵. راهنمای ایزو ۳۴: الزامات عمومی برای صلاحیت تولیدکنندگان مواد مرجع

۱۳۰، ۶. AOAC 966.02: ارزیابی میزان رطوبت خارج شده حین خشک شدن (LOD) در تنباکو. در:

روش‌های رسمی تحلیل، چاپ بیستم. راویل، مرلند: AOAC International; 2016.

۱۳۱. اصطلاحات و تعاریف

۱۳۱، ۱. محتوای آمونیاک: مقدار آمونیاک موجود در پرکننده تنباکوی سیگار، به صورت میلی گرم در هر گرم پرکننده تنباکوی سیگار بیان می شود.

۱۳۱، ۲. پرکننده تنباکوی سیگار: قسمتی از سیگار حاوی توتون، از جمله تنباکوی بازسازی شده، ساقه، تنباکوی منبسط شده و مواد افزودنی

۱۳۱،۳. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به‌طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده‌اند و برای دود کردن، مکیدن، جویدن یا دمیدن تولید می‌شوند (ماده ۱ کنوانسیون چارچوب کنترل دخانیات سازمان بهداشت جهانی)

۱۳۱،۴. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای آزمایش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۱۳۱،۵. نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش، به‌طور تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می‌شود

۱۳۱،۶. بخش مورد سنجش: بخش تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می‌شود

۱۳۲. خلاصه روش اجرایی

۱۳۲،۱. آمونیاک از پرکننده تنباکوی سیگار با محلول استخراج اسید سولفوریک رقیق استخراج می‌شود و سپس سانتریفیوژ می‌شود (و در صورت لزوم فیلتر می‌شود).

۱۳۲،۲. عصاره با کروماتوگرافی یونی همراه با تشخیص هدایت آنالیز می‌شود.

۱۳۲،۳. کمی‌سازی با کالیبراسیون در برابر یک استاندارد خارجی، با مقایسه پاسخ رسانایی آنالیت‌ها در نمونه‌ها با پاسخ‌های استاندارد به دست می‌آید.

۱۳۳. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۱۳۳،۱. همانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر، از اصول احتیاطی ایمنی و زیست محیطی رایج پیروی کنید.

۱۳۳،۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن نمی‌پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند که با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را همراه با هر گونه الزامات مقرراتی موجود مربوط قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۱۳۳،۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق‌نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع‌آوری شده از یک هود شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۱۳۴. دستگاه‌ها و تجهیزات

دستگاه‌های معمول آزمایشگاهی، به ویژه:

۱، ۱۳۴. ترازوی تحلیلی با قابلیت اندازه‌گیری حداقل تا چهار رقم اعشار

۲، ۱۳۴. فلاسک ارلن مایر ۲۵۰ میلی‌لیتری با درپوش یا معادل آن.

۳، ۱۳۴. بشر (اندازه‌های مختلف)

۴، ۱۳۴. فلاسک‌های حجمی (اندازه‌های مختلف)

۵، ۱۳۴. پیپت‌های حجمی برای تهیه محلول‌های استاندارد (اندازه‌های مختلف)

۶، ۱۳۴. نمونه‌گیر خودکار

۷، ۱۳۴. ویال‌های نمونه‌گیری خودکار، ۲ میلی‌لیتر یا معادل آن

۸، ۱۳۴. تکان دهنده مکانیکی مچ دست یا معادل آن

۹، ۱۳۴. کروماتوگراف یونی مجهز به هدایت سنجی

۱۰، ۱۳۴. ستون تبادل کاتیونی (۲۵۰ × ۴ میلی‌متر)

۱۱، ۱۳۴. ستون محافظ تبادل کاتیونی (۵۰ × ۴ میلی‌متر)

۱۲، ۱۳۴. سرکوبگر کاتیونی تجدید پذیر (اختیاری)

نکته ۱: موارد فوق پیکربندی ابزار معمولی برای این تحلیل است. انتظار می‌رود پیکربندی‌های جایگزین (به عنوان مثال، بدون سرکوبگر) نتایج مشابهی به همراه داشته باشند.

نکته ۲: نمونه‌ها باید قبل از واکافت کردن یا فیلتر یا سانتریفیوژ شوند.

۱۳، ۱۳۴. تجهیزات فیلتراسیون

۱، ۱۳۴، ۱۳. سرنگ، ۱۰ میلی‌لیتر، یا معادل آن

۲، ۱۳۴، ۱۳. صفحه نمایش ۰.۴۵ میلی‌متری

۳، ۱۳۴، ۱۳. فیلترهای غشایی فاز آب، ۱۵ میلی‌متر × ۰.۴۵ میکرومتر یا معادل آن

۱۳۴,۱۴. تجهیزات سانتریفیوژ

۱۳۴,۱۴,۱. سانتریفیوژ Micro-17 یا معادل آن

۱۳۴,۱۴,۲. ویال‌های میکروسانتریفیوژ یا معادل آن

۱۳۵. معرف‌ها و لوازم

همه معرف‌ها باید حداقل از درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت (CAS) Chemical Abstract Services شناسایی می‌شوند.

۱۳۵,۱. متان سولفونیک اسید [۷۵-۷۵-۲]، خلوص کروماتوگرافی

۱۳۵,۲. اسید سولفوریک غلیظ [۷۶۶۴-۹۳-۹]، درصد جرم: ۹۵ درصد تا ۹۸ درصد

۱۳۵,۳. سولفات آمونیوم [۷۷۸۳-۲۰-۲] یا، به عنوان جایگزین، یک محلول استاندارد تأیید شده توسط

ایزو راهنمای ۳۴: [۲.۵] آمونیاک ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر

۱۳۵,۴. آب، نوع ۱ [7732-18-5]

۱۳۶. تهیه ظروف شیشه‌ای

۱۳۶,۱. ظروف شیشه‌ای را تمیز و خشک کنید تا از رفع آلودگی باقی‌مانده‌ها اطمینان حاصل کنید.

توجه: توصیه می‌شود از مواد شوینده برای تمیز کردن استفاده نشود تا تداخل به حداقل برسد.

۱۳۷. آماده‌سازی محلول‌ها

روش تهیه محلول‌های استخراج و فاز متحرک شرح داده شده در زیر برای مقاصد مرجع است و در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۱۳۷,۱. محلول استخراج (اسید سولفوریک رقیق، تقریباً ۰/۰۱۲۵ مول بر لیتر)

۱۳۷,۱,۱. برای به دست آوردن محلول اسید سولفوریک ۰/۰۱۲۵ مول بر لیتر، از معادله p

$m/v =$ استفاده کنید، که p چگالی اسید سولفوریک (۱.۸۴ گرم در میلی لیتر) و m جرم

اسید سولفوریک است

توجه: مقدار ۱.۲۹ گرم اسید سولفوریک اضافه شده به ۱ لیتر آب نوع ۱ [۷.۴] رقت ۰/۰۱۲۵ مول بر لیتر اسید سولفوریک می دهد.

۱۳۷،۱،۲. به عنوان «محلول استخراج اسید سولفوریک رقیق» برچسب بزنید و در یخچال نگهداری کنید

۱۳۷،۲. فاز متحرک (اسید متان سولفونیک در آب، ۰.۰۲ مول در لیتر)

۱۳۷،۳. مقدار ۱.۳۲ میلی لیتر متان سولفونیک اسید [۷.۱] را با دقت به یک فلاسک حجمی ۱ لیتری [۶.۴] منتقل کنید و با آب نوع ۱ [۷.۴] به حجم اضافه کنید.

۱۳۸. آماده سازی استاندارد

روش آماده سازی محلول های استاندارد که در زیر توضیح داده شده است برای مقاصد مرجع است و در صورت لزوم قابل تنظیم است.

۱۳۸،۱. محلول استاندارد آمونیاک (تقریباً ۱۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر)

۱۳۸،۱،۱. مقدار ۰.۰۹۲ گرم (± 0.002 گرم) سولفات آمونیوم [۷.۳] را در یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری به دقت وزن می کنیم و در محلول استخراج شده [۹.۱] حل کنید. تمام حلال ها و محلول ها باید در دمای اتاق باشند.

۱۳۸،۱،۲. محلول سولفات آمونیوم [۱۰.۱.۱] را به یک فلاسک حجمی ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و با محلول استخراج شده [۹.۱] به حجم برسانید.

۱۳۸،۲. استانداردهای کاری

جدول ۱. محلول های استاندارد کاری آمونیاک

استاندارد	حجم محلول استاندارد (mL) [۱۰.۱]	سطح تقریبی آمونیاک در	
		محلول استاندارد کاری	حجم نهایی (mL)
		($\mu\text{g/mL}$)	
۱	۰.۰۱	۱۰	۰.۱
۲	۰.۰۵	۱۰	۰.۵
۳	۰.۲	۱۰	۲
۴	۰.۵	۱۰	۵
۵	۱	۱۰	۱۰

نکته ۱: تمامی استانداردها در فلاسک‌های حجمی در رقت‌های شرح داده شده ساخته می‌شوند.

فلاسک‌های حجمی با محلول استخراج شده [۹.۱] به حجم می‌رسند.

نکته ۲: محدوده محلول‌های استاندارد بسته به تجهیزات مورد استفاده (با یا بدون تجهیزات فشرده‌سازی کننده) و نمونه‌هایی که باید آزمایش شوند، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی روی حساسیت روش ممکن است تنظیم شود.

نکته ۳: غلظت محلول‌های استاندارد می‌تواند در طول ذخیره‌سازی به‌طور قابل توجهی تغییر کنند که باعث تغییر عرض از مبدأ منحنی کالیبراسیون می‌شود. آنها نباید بیش از ۲ هفته ذخیره شوند.

نکته ۴: خلوص آمونیاک در استاندارد مورد استفاده باید در محاسبه غلظت در نظر گرفته شود.

۱۳۹. نمونه‌گیری

۱۳۹، ۱. از سیگارها براساس [۲.۱] ایزو ۸۲۴۳ نمونه‌گیری کنید. رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده، مطابق با رویه آزمایشگاهی منجصر بفرد، یا زمانی که طبق مقررات خاص و یا در دسترس بودن نمونه‌ها لازم باشد، استفاده شود.

۱۳۹، ۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۱۳۹، ۲، ۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت امکان به واحدهای جداگانه (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) تقسیم کنید.

۱۳۹، ۲، ۲. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل $n \geq 7$ [۲.۲] از واحدهای مجزا بگیرید (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده).

۱۴۰. آماده‌سازی سیگار

۱۴۰، ۱. تمام مواد پرکننده تنباکو را از تمام سیگارهای آزمایشی یا نمونه‌های کنترل کیفیت (در صورت امکان) در یک بسته (مثلاً حاوی ۲۰ نخ سیگار) خارج کنید. به عنوان روش جایگزین می‌توانید از حداقل ۷ گرم پرکننده تنباکوی فرآوری شده استفاده کنید.

۱۴۰، ۲. پرکننده تنباکوی سیگار به میزان کافی را با هم ترکیب کرده و مخلوط کنید تا حداقل ۷ گرم از بخش‌های آزمایشگاهی در هر کدام تشکیل شود. حداقل سه تکرار از قسمت‌های آزمایشی آماده کنید.

توجه: اندازه نمونه ممکن است در صورت لزوم تنظیم شود.

۱۴۱. آماده‌سازی دستگاه دود کننده

قابل اجرا نیست.

۱۴۲. تولید نمونه

قابل اجرا نیست.

۱۴۳. آماده سازی نمونه

۱۴۳،۱. برای هر بخش آزمایش، ۷۰۰ گرم از قسمت آزمایشی مخلوط شده را بردارید و آن را تا ۰۰۰۱۰۰ گرم در یک ارن ۲۵۰ میلی لیتری یا فلاسک مناسب دیگر وزن کنید.

۱۴۳،۲. به اندازه ۵۰ میلی لیتر از محلول استخراج [۱۰۹] را به نمونه اضافه کنید.

توجه: وزن نمونه و ضریب رقت ممکن است بر این اساس بسته به غلظت آمونیاک یا در دسترس بودن نمونه تنظیم شود.

۱۴۳،۳. فلاسک ها را ببندید و آنها را روی یک شیکر مشابه با حرکت مچ دست یا معادل آن با سرعت حداقل ۱۶۰ دور در دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه یا با سرعت مناسب برای نوع تکان دهنده مکانیکی مورد استفاده قرار دهید.

۱۴۳،۴. نمونه ها را از شیکر خارج کنید، هر فلاسک را بچرخانید تا تمام توتون در حلال پخش شود.

۱۴۳،۵. نمونه ها را به مدت ۳۰ دقیقه بگذارید تا مایع رویی شفاف شود.

۱۴۳،۶. عصاره را از طریق کاغذ صافی کمی بدون خاکستر ۸ میکرومتری فیلتر کنید.

۱۴۳،۷. عصاره [۱۵.۶] را با استفاده از سرنگ به روی فیلتر غشایی ۰.۴۵ میکرومتر بریزید.

۱۴۳،۸. فیلتر را به یک ویال نمونه گیری خودکار منتقل کنید و آن را روی کروماتوگرافی یونی آنالیز کنید.

توجه: اگر سیگنال نمونه (منطقه قله) در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار نگیرد، محلول ها باید بر این اساس تنظیم شوند، یعنی بیشتر رقیق شوند. تمام رقت های نهایی باید در گزارش نمونه ثبت شود.

روش دیگر، مراحل زیر را می توان دنبال کرد:

۱۵،۵. به اندازه ۱.۵ میلی لیتر از مایع رویی را در ۱۳۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ کنید.

۱۵،۶. عصاره سانتریفیوژ شده را به یک ویال نمونه گیری خودکار منتقل کنید و آن را روی کروماتوگرافی یونی آنالیز کنید.

۱۶. تجزیه و تحلیل نمونه

این روش شامل کروماتوگرافی یونی همراه با تشخیص رسانایی برای تعیین کمیت آمونیاک در پرکننده تنباکو است. آنالیت‌ها از تداخل بالقوه روی ستون جدا می‌شوند. مقایسه مساحت مجهولات با سطح غلظت‌های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت‌های منفرد را به دست می‌دهد.

۱۶،۱. شرایط عملیاتی کروماتوگرافی یونی: مثال

ستون فاز متحرک: متان سولفونیک اسید در آب، ۰.۰۲ مول در لیتر [۹.۲] نرخ ۱.۰ میلی لیتر بر دقیقه

حجم تزریق: ۲۵ µL ستون

دما: ۳۰ درجه سانتی گراد

این تنظیمات ابزاری و سایر مشخصات (مثلاً تنظیم فعلی فشرده‌ساز کاتیونی) باید برای هر تجهیزات و نمایه ستون به منظور دستیابی به وضوح خوب و عملکرد کروماتوگرافی مناسب باشد.

نکته ۱: به عنوان مثال محلول رقیق تر متان سولفونیک اسید در آب برای فاز متحرک (تأثیر ۱۰ برابری) هنگام کار بدون فشرده‌سازی توصیه می‌شود.

نکته ۲: ممکن است نیاز باشد پارامترهای عملیاتی با شرایط ابزار و ستون و وضوح قله‌های کروماتوگرافی تنظیم شوند.

۱۶،۲. زمان‌های ماند مورد انتظار

توجه: به عنوان مثال، تفاوت در نوع و سن ستون، زمان ماند را تغییر می‌دهد.

در شرایط فوق، کل زمان تحلیل مورد انتظار حدود ۱۵ دقیقه خواهد بود.

۱۶،۳. تعیین آمونیاک

توالی تعیین مطابق با روش‌های آزمایشگاهی فردی خواهد بود. این بخش نمونه‌ای از توالی تعیین نیکوتین در پرکننده تنباکو را نشان می‌دهد.

۱۶،۳،۱. سیستم را قبل از استفاده حالت دهید، برای مثال با تزریق دو مقدار ۲۵ میکرولیتری محلول

نمونه به عنوان پرایمر. سایر روش‌های متعادل کننده، همان‌طور که توسط سازنده پیشنهاد می‌شود،

نیز می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند. برای بررسی عملکرد سیستم کروماتوگرافی گازی، بلنک استاندارد (پر با استاندارد داخلی) را تزریق کنید.

توجه: بسته به فاز ثابت، ممکن است بعد از استانداردهای کالیبراسیون، یک بلنک تزریق شود. برای کاهش آلودگی متقاطع، باید یک بلنک نیز در انتهای دسته تزریق شود.

۱۶,۳,۲. پس از تهویه مطبوع، ۲۵ میکرولیتر محلول خالی را برای بررسی وجود هر گونه آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.

۱۶,۳,۳. مقدار کمی از هر محلول استاندارد آمونیاک [۱۰.۲] را به کروماتوگرافی یونی تزریق کنید.

۱۶,۳,۴. زمان ماند و پاسخ‌ها (شمارش مساحت‌ها) برای استانداردها را ارزیابی کنید. زمانی که زمانهای ماند استانداردها مشابه باشد، سیستم آماده برای انجام تجزیه و تحلیل در نظر گرفته می‌شود (تعریف شده به صورت ± 0.2 دقیقه) نسبت به زمان‌های ماند بین اجرا در همان سیستم، وضوح محاسبه شده ۱.۵ ک است و پاسخ‌ها در محدوده ۲۰ درصد از پاسخ‌های معمولی در اجراهای قبلی هستند.

۱۶,۳,۵. نواحی قله آمونیاک را ثبت کنید.

۱۶,۳,۶. نموداری از مناطق را مطابق با غلظت آمونیاک رسم کنید.

۱۶,۳,۷. گزینه‌های زیر باید برای محاسبه غلظت آمونیاک استفاده شوند.

برای کروماتوگرافی یونی با فشرده‌ساز:

یک معادله رگرسیون درجه دوم $(Y = ax^2 + bx = c)$ را از داده‌ها محاسبه کنید.

اگر ضریب رگرسیون درجه دوم R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. هر نقطه کالیبراسیون که از ۱۰ درصد مقدار مورد انتظار بیشتر باشد، (برآورد شده توسط رگرسیون درجه دوم) باید حذف شود.

برای کروماتوگرافی یونی بدون فشرده‌ساز:

معادله رگرسیون خطی $(Y = a + bx)$ را هم از شیب (b) و هم از عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی محاسبه کنید. اگر ضریب رگرسیون خطی R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. یک نقطه کالیبراسیون مشخص که بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار متفاوت است (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) باید حذف شود.

۱۶,۳,۸. در هر دو مورد، عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معناداری با صفر داشته باشد.

۱۶,۳,۹. نمونه‌های کنترل کیفیت و نمونه‌های آزمایش را تزریق کنید و نواحی قله را با نرم افزار ابزار تعیین کنید.

۱۶,۳,۱۰. سیگنال (نسبت‌های قله) به دست آمده برای تمام بخش‌های سنجش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرد.

توجه: برای خطوط معمولی کالیبراسیون و کروماتوگرام به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۱۷. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۱۷,۱. برای هر بخش آزمایش، نواحی قله آمونیاک را محاسبه کنید.

۱۷,۲. غلظت یون آمونیوم (NH_4) بر حسب میلی گرم در میلی لیتر در هر بخش آزمایشی از ضرایب رگرسیون درجه دوم یا خطی محاسبه کنید.

۱۷,۳. مقدار آمونیاک (به میلی گرم در گرم تنباکو) از فرمول زیر تعیین می‌شود:

$$M = \frac{C \times V \times 17.03}{m \times 18.04}$$

که در آن:

۱۷,۴. C غلظت NH_4 در محلول نمونه به دست آمده از خط کالیبراسیون است که بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر بیان می‌شود.

V حجم محلول نمونه است که بر حسب میلی لیتر بیان می‌شود.

m جرم پرکننده تنباکو است که بر حسب میلی گرم بیان می‌شود.

نکته ۱: جرم مولکولی نسبی $3NH$ برابر با ۱۷.۰۳ است.

نکته ۲: جرم مولکولی نسبی NH_4 برابر با ۱۸.۰۴ است.

۱۸. اقدامات احتیاطی خاص

پس از نصب ستون جدید، آن در شرایط مشخص شده برای ابزار، قرار دهید و عصاره نمونه تنباکو را تزریق کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) آمونیاک براساس معیارهای پذیرش هر آزمایشگاه قابل تکرار باشد.

۱۹. گزارش داده‌ها

۱۹،۱. اندازه‌گیری‌های مجزا را برای هریک از نمونه‌های ارزیابی شده، گزارش کنید.

۱۹،۲. نتایج را به صورت میلی گرم در هر گرم تنباکو یا متناسب با نیاز، گزارش کنید.

۱۹،۳. نتایج ممکن است همان‌طور که هست یا براساس وزن خشک گزارش شوند

توجه: رطوبت را می‌توان با AOAC ۹۶۶.۰۲ [۲.۶] یا روش استاندارد معادل اندازه‌گیری کرد.

۲۰. کنترل کیفیت

۲۰،۱. پارامترهای کنترل معمول

اگر اندازه‌گیری‌های کنترلی خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

در صورت لزوم باید از روش‌های بیشتری برای تضمین کیفیت منطبق با سیاست‌های هر آزمایشگاه استفاده شود.

۲۰،۲. معرف آزمایشگاهی بلانک

۲۰،۳. برای تشخیص هر گونه آلودگی در حین آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک ماده بلانک معرف

آزمایشگاهی قرار دهید. بلانک شامل تمام معرف‌ها و مواد مورد استفاده در تجزیه و تحلیل نمونه‌های آزمایشی است و مانند یک نمونه آزمایشی آنالیز می‌شود. نتیجه باید کمتر از سطح تشخیص باشد.

۲۰،۴. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع، مانند سیگار تحقیقاتی دانشگاه کنتاکی (لکسینگتون، کنتاکی،

ایالات متحده آمریکا) یا کورستا مانیتور (پاریس، فرانسه)، را با هر بار اجرای تحلیلی تجزیه و تحلیل کنید.

۲۱. روش مشخصات عملکرد

۲۱،۱. محدودیت گزارش

حد گزارش‌دهی روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم شده است که تقریباً ۰.۱ میکروگرم در میلی لیتر محاسبه می‌شود.

۲۱،۲. بازیابی ماتریس تقویت شده آزمایشگاهی

بازیابی آنالیت اسپایک شده به ماتریس به عنوان یک معیار نیابتی برای درستی استفاده می شود. با وارد کردن مقادیر شناخته شده استاندارد در تنباکو و استخراج تنباکو به همان روشی که برای نمونه ها وجود دارد، تعیین می شود. تنباکوی بدون نشتی نیز مورد تجزیه و تحلیل قرار می گیرد. بازیابی از فرمول زیر محاسبه می شود:

$$\text{بازیابی (\%)} = 100 \times (\text{مقدار تجزیه} - \text{مقدار اسپایک نشده} / \text{مقدار اسپایک شده})$$

جدول ۳. نتایج بازیابی نمونه برای آمونیاک در پرکننده تنباکو

بازیابی (درصد)	مقدار مشخص نشده (میلی گرم)	مقدار تحلیلی (میلی گرم)	مقدار مشخص شده (میلی گرم)*
۹۸.۹۰	۰.۰۹۶۰	۰.۱۷۵۱	۰.۰۷۹۹ (کم)
۹۸.۸۸	۰.۰۹۵۶	۰.۱۹۴۴	۰.۰۹۹۹ (متوسط)
۹۹.۱۰	۰.۰۹۵۳	۰.۲۱۴۱	۰.۱۱۹۹ (بالا)

میانگین: ۹۸.۹۶

* مقادیر «کم»، «متوسط» و «بالا»، حدود ۸۰ درصد، ۱۰۰ درصد و ۱۲۰ درصد از مقدار مشخص نشده است.

۲.۱.۳. حد تشخیص (LOD) و حد کمیت (LOQ)

LOD را می توان سه برابر انحراف استاندارد نتایج بدست آمده با تجزیه و تحلیل پائین ترین استاندارد حداقل ۱۰ بار در طول چند روز تعیین کرد. LOQ را می توان ۱۰ برابر انحراف استاندارد نتایج بدست آمده با تجزیه و تحلیل پائین ترین استاندارد حداقل ۱۰ بار در طول چند روز تعیین کرد.

LOD آمونیاک در پرکننده تنباکو ۰.۰۰۳۳ میلی گرم بر گرم و LOQ برابر با ۰.۰۱۱ میلی گرم بر گرم است. از طرف دیگر، پائین ترین استاندارد مورد استفاده را می توان به عنوان LOQ در نظر گرفت.

۲.۲. تکثیر پذیری و تکرار پذیری

یک مطالعه مشترک بین المللی که در سال های ۲۰۱۴-۲۰۱۵ و بر روی سه سیگار مرجع و دو برند تجاری توسط نه آزمایشگاه انجام شد، مقادیر زیر را برای این روش گزارش کرد.

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه‌های تنباکوی مچ شده توسط کارور و تجهیزات مشابه در کوتاه‌ترین زمان تکرارپذیری ممکن، r — به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش — متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های تنباکوی مچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R — به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش — متفاوت هستند.

آمونیاک در برندهای تجاری در محدوده غلظت‌های موجود در مواد مرجع آزمایش بود.

برای محاسبه r و R ، نتیجه یک سنجش به عنوان میانگین هفت تکرار تعریف شد.

جدول ۴. حدود دقت برای تعیین آمونیاک در تنباکو مواد مرجع آزمایش

حد تکثیرپذیری (mg/g) r	حد تکرارپذیری (mg/g) R	m	n	سیگارهای مرجع
۰/۱۵۳	۰/۰۰۲	۱/۲۱۴	۹	1R5F
۰/۰۰۲	۰/۰۷۵	۰/۸۵۷	۹	3R4F
۰/۰۰۰	۰/۰۰۴	۰/۱۷۲	۹	CM6
۰/۰۰۱	۰/۰۱۰	۰/۳۸۳	۹	سیگار تجاری ۱
۰/۰۰۵	۰/۳۴۷۰	۱/۷۴۶	۹	سیگار تجاری ۲

که در آن n ، تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده؛ m ، مقدار متوسط آمونیاک در هر سیگار

۲۳. گزارش نتایج سنجش

اطلاعات زیر باید در گزارش نتایج سنجش درج شود:

الف. ارجاع به این روش، یعنی راک شماره ۷ (تبلنت سازمان جهانی بهداشت)

ب. تاریخ دریافت نمونه

پ. نتایج و واحدهای آنها

شماره: راک ۰۸

تاریخ: ۳۱ آگوست ۲۰۱۸



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار

برای تعیین آلدهیدها در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید

روش:	تعیین آلدهیدها در جریان اصلی دود سیگار با استفاده از ایزو و شرایط دود کردن شدید
آنالیت‌ها:	فرمالدهید (CAS #50-00-0)، استالدهید (CAS # ۷۵-۰۷-۰)، آکروئین (اکریل آلدهید) (CAS #۱۰۷-۰۲-۰۷)
ماتریس:	جریان اصلی دود سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	۳۱ آگوست ۲۰۱۸

شماره: راک ۰۸

تاریخ: ۳۱ آگوست ۲۰۱۸

هیچ رژیم دستگاه دود کننده نمی تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دود کننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه گیری های ماشینی به سیگاری ها می تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه گیری های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت ها در اندازه گیری های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۸۰

تاریخ: ۳۱ آگوست ۲۰۱۸

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلوچاو) به عنوان یک روش انجام کار (راک) برای تعیین آلدهیدها در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. «کنفرانس اعضا» (کاپ) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دابلوچاو افسی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
- آمونیاک
- مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (تانول))

اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه انتشارات زیر را در جریان اصلی دود شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (انان‌کی)

• نرمال - نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکروئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم استعمال دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکروئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم استعمال دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (ml)	بسامد دود	دریچه‌های تهویه فیلتر
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - ۳۵	۳۵	هر ۶۰ ثانیه یکبار	بدون تغییر
تعاریف و شرایط استاندارد			
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح ۵۵	۵۵	هر ۳۰ ثانیه یکبار	تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪ همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.

این روش راک برای هدایت آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده در خصوص انجام تجزیه و تحلیل آلدئیدها در جریان اصلی دود سیگار تهیه شد. برای محصولات تنباکو به غیر از سیگار، ممکن است پارامترهای خاصی از پارامترهای ارائه شده در سند تنظیم شود.

۱۴۴. محدوده

این روش انجام کار برای تعیین کمی سه آلدئید زیر در جریان دود اصلی سیگار (MS) مناسب است: فرمالدهید، استالدهید و آکرولئین (اکریلدهید) که با کروماتوگرافی مایع واکافت شوند.

توجه: آموزش استفاده از دستگاه دود کردن و سایر تجهیزات آزمایشگاهی برای عملکرد موفقیت آمیز مهم است. برای کسانی که در کار با ماشین‌های دود کردن یا واکافت با استفاده از روش‌های تحلیلی برای اندازه‌گیری مواد منتشره و محتویات محصولات دخانی تجربه ندارند، باید آموزش ببینند.

۱۴۵. منابع

۱۴۵،۱. ایزو ۳۳۰۸: دستگاه تحلیلی معمول دود کردن - تعاریف و شرایط استاندارد. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۲۰۱۲.

۱۴۵،۲. ایزو ۴۳۸۷: سیگار - تعیین کل ذرات معلق و بدون نیکوتین با استفاده از یک دستگاه دود کردن تحلیلی معمولی. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۲۰۰۰.

۱۴۵،۳. ایزو ۳۴۰۲: تنباکو و فرآورده‌های تنباکو - جوی برای تهویه و سنجش. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۱۹۹۹.

۱۴۵،۴. ایزو ۸۲۴۳: سیگار - نمونه‌گیری. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۲۰۰۶.

۱۴۵،۵. ایزو ۵۷۲۵-۲: صحت (راستی و دقت) یا روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت ۲: روش اساسی برای تعیین تکرار پذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۱۹۹۴.

۱۴۵،۶. شبکه آزمایشگاهی تنباکو. روش انجام کار برای دود کردن شدید

(راک ۱ تبلنت سازمان جهانی بهداشت) ژنو: سازمان جهانی بهداشت، ۲۰۱۲

(http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/75261/9789241503891_eng.pdf;sequence=1, accessed 3 September 2018).

۱۴۵،۷. شبکه آزمایشگاهی تنباکو. روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو (راک ۲ تبلنت سازمان جهانی بهداشت)، ژنو: سازمان جهانی بهداشت، ۲۰۱۲

(<http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/254998/9789241512060-eng.pdf?sequence=1>, accessed 3 September, 2018).

۱۴۵،۸. شبکه آزمایشگاهی توتون، روش انجام کار برای تعیین مواد آلی فرار در جریان دود اصلی سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید (راک ۹ تبلبنت سازمان جهانی بهداشت)، ژنو: سازمان جهانی بهداشت، (در حال انتشار)

۱۴۵،۹. بخش آزمایشگاهی و علمی. دستورالعمل نمونه گیری دارویی نماینده وین: دفتر مبارزه با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد، ۲۰۰۹. (http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf).

۱۴۵،۱۰. ایزو ۵۷۲۵-۱ صحت (راستی و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری - بخش ۱: اصول و تعاریف کلی. ژنو: سازمان بین المللی استاندارد. ۱۹۹۴.

۱۴۵،۱۱. Uchiyama S, Tomizawa T, Inaba, Y, Kunugita, N. Simultaneous determination of volatile organic compounds and carbonyls in mainstream cigarette smoke using a sorbent cartridge followed by two-step elution. J Chromatogr A. 2013; 1314:31-7. doi: 10.1016/j.chroma.2013.09.019

۱۴۶. اصطلاحات و تعاریف

آلدهیدها: فرمالدهید، استالدهید و آکریلدهید

سی ایکس-۵۷۲: غربال مولکولی کربن. کربوکسن ۵۷۲

DNPH-HCl: ۲،۴ دینیتروفنیل هیدرازین هیدروکلراید.

رژیم شدید: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵ میلی لیتری، فاصله میان پک ۳۰ ثانیه و مسدود کردن ۱۰۰٪ دریچه های تهویه فیلتر است.

رژیم ایزو: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵ میلی لیتری، فاصله میان پک ۶۰ ثانیه و عدم مسدود شدن دریچه های تهویه فیلتر است.

نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می شود.

تله دود: وسیله ای برای جمع آوری بخشی از دود از نمونه سیگار که برای تعیین اجزای دود مشخص ضروری است.

نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش که به صورت تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.

بخش مورد سنجش: نمونه تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه سنجش باشد.

فرآورده های تنباکو: محصولات تنباکو که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده اند و برای استفاده در دود کردن، مکیدن، جویدن یا دم کشیدن تولید می شوند (ماده ۱ (f) FCTC WHO).

TPM: کل ذرات معلق

۱۴۷. خلاصه روش اجرایی

۱۴۷،۱. جریان دود اصلی سیگار طبق رژیم شدید سازمان جهانی بهداشت یا رژیم ایزو انجام می شود. یک سیگار در هر تله دود، حاوی ۳۰۰ میلی گرم ذرات سی ایکس-۵۷۲ و یک پد فیلتر فیبر شیشه ای دود می شود.

۱۴۷،۲. کل ذرات معلق دود اصلی از نمونه سنجش سیگار بر روی یک تله دود حاوی ۳۰۰ میلی گرم ذرات سی ایکس-۵۷۲ و یک پد فیلتر فیبر شیشه ای (که معمولاً به عنوان پد فیلتر الیاف شیشه ای شناخته می شود) به دام می افتند.

۱۴۷،۳. آلدهیدها با افزودن محلولی حاوی مخلوطی از دی سولفید کربن و متانول بر روی ذرات کربوکسن و صفحه فیلتر فیبر شیشه ای استخراج می شوند.

۱۴۷،۴. آلدهیدهای استخراج شده با ۲،۴-دی نیترو فیل هیدرازین (DNPH) مشتق می شوند.

۱۴۷،۵. آلدهیدهای مشتق شده توسط کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)، مجهز به آشکارساز ارائه فرابنفش (UV)/دیود (DAD) تعیین می شوند.

۱۴۷،۶. این روش شرح داده شده در این راک به طور هم زمان سطح آلدهیدها (راک ۰۸) و مواد آلی فرار (راک ۰۹) تولید شده در جریان دود اصلی سیگار را سنجش و اندازه گیری می کند.

۱۴۷،۷. ناحیه پیک کروماتوگرام آلدهید با منحنی کالیبراسیون ایجاد شده توسط واکافت استاندارد ها با غلظت های شناخته شده آلدهیدها برای تعیین محتوای آلدهید هر بخش سنجش مقایسه می شود.

۱۴۸. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۱۴۸،۱. مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر از احتیاطات ایمنی و زیست محیطی معمول پیروی کنید.

۱۴۸،۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند قصد ندارد به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند با مراجع مربوطه مشورت کنند و مراجع بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را در ارتباط با هر گونه الزامات مقرراتی قابل اجرا موجود قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۱۴۸،۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق‌نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع‌آوری شده از دود شیمیایی استفاده کنید و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۱۴۹. دستگاه‌ها و تجهیزات

۱۴۹،۱. تجهیزات مورد نیاز برای حالت دادن به سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] مشخص شده است.

۱۴۹،۲. تجهیزات مورد نیاز برای انجام علامت‌گذاری طول ته سیگار همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] مشخص شده است.

۱۴۹،۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشاندن دریچه‌های تهویه برای رژیم شدید همان‌طور که در تابلنت سازمان جهانی بهداشت، روش انجام کار برای دود کردن شدید (تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک) [۲.۶] مشخص شده است.

۱۴۹،۴. تجهیزات مورد نیاز برای انجام کشیدن سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۱۴۹،۵. ترازوی تحلیلی با قابلیت اندازه‌گیری حداقل تا چهار رقم اعشار

۱۴۹،۶. پیپت‌ها و نوک‌هایی که قادر به پخش دقیق ۴۰-۵۰۰ میکرولیتر هستند.

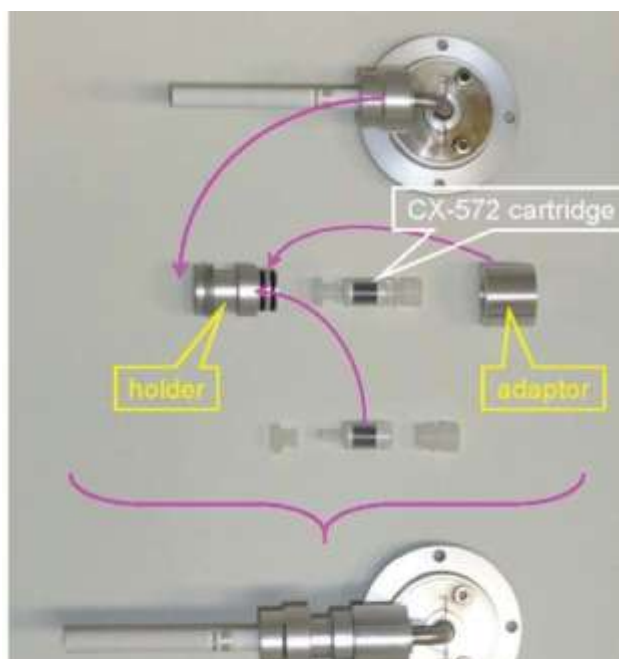
۱۴۹،۷. فلاسک‌های حجمی ۶.۷، ۵ میلی‌لیتر و ۱۰ میلی‌لیتر

۱۴۹،۸. دستگاه همزن مغناطیسی

۱۴۹،۹. سرنگ‌ها یا دستگاه‌های کالیبره شده با ظرفیت انتقال دقیق ۲ تا ۲۰ میلی‌لیتر از حلال آلی یا معادل آن

۱۴۹،۱۰. ویال یا فلاسک با مهر و موم سیپتومی، ظرفیت حداقل ۲۰ میلی‌لیتر (خطی) یا ۵۰ میلی‌لیتر (چرخش) یا معادل. ویال‌های کهربایی توصیه می‌شود.

- ۱۱، ۱۴۹. ویال‌های نمونه‌گیری خودکار کروماتوگرافی مایع (LC)، ۲ میلی‌لیتر یا معادل آن.
 - ۱۲، ۱۴۹. سیستم HPLC، مجهز به UV/DAD، قادر به اندازه‌گیری طول موج در ۳۶۰ نانومتر
 - ۱۳، ۱۴۹. ستون HPLC قادر به جداسازی متمایز قله‌های حلال، پیک DNPH و قله آلدهید از سایر اجزای انتشار سیگار (مانند 150 Ascentis RP-Amide میلی‌متر $\times$ ۴.۶ میلی‌متر، ۳ میکرومتر) است.
 - ۱۴، ۱۴۹. ذرات کربوکسن ۵۷۲، اندازه مش ۴۵/۲۰.
 - ۱۵، ۱۴۹. کارتریج سی‌ایکس-۵۷۲: کارتریج ۱ میلی‌لیتری استخراج فاز جامد (SPE) به‌صورت دستی پر شده با ۳۰۰ میلی‌گرم کربوکسن ۵۷۲ یا کارتریج سی‌ایکس-۵۷۲ از پیش بارگذاری شده که توسط Sigma-Aldrich/Supelco تهیه شده است (Cat. No. 54294-U)
 - ۱۶، ۱۴۹. پد فیلتر فیبر شیشه‌ای همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] توضیح داده شده است.
 - ۱۷، ۱۴۹. راه‌اندازی تله دود شامل نگهدارنده‌های دستگاه سیگار است که به سی‌ایکس-۵۷۲ (با یا بدون کارتریج) متصل شده‌اند تا در مقابل پد فیلتر فیبر شیشه‌ای قرار بگیرند (شکل‌های ۱ تا ۵ را ببینید).
- توجه:** کارتریج سی‌ایکس-۵۷۲ را در نگهدارنده رو به سمت باز به سمت سیگار قرار دهید. هنگامی که با انتهای باز در جهت مخالف قرار می‌گیرد، محتوای کارتریج را می‌توان در هنگام گرفتن پک‌ها به داخل دستگاه سیگار مکید. در صورت لزوم می‌توان یک درپوش مخصوص را همان‌طور که در شکل ۶ نشان داده شده است در کارتریج قرار داد.



شکل ب- الف. دستگاه دود کردن بورگوالت تک ورودی



شکل ۱- ب. دستگاه دود کردن بورگوالت خطی

شکل ۲ الف و شکل ۲ ب نگهدارنده سیگار مناسب برای استفاده در ماشین دود کردن دوار تجاری (مانند دستگاه دود کردن کرویلین و/یا بورگوالت) را نشان می‌دهد.



شکل ۲- الف. با سی ایکس-۵۷۲ ذرات به طور مستقیم بر روی نگهدارنده وزن می‌کنند.



شکل ج- ب. با کارتریج بارگذاری شده سی ایکس-۵۷۲ که روی نگهدارنده قرار داده شده است.

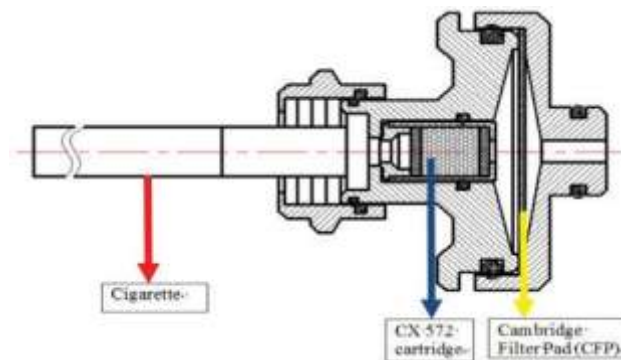


شکل ۳. برای دستگاه دود کردن تجاری خطی (به عنوان مثال Cigan کرویلین یا بورگوالت)

توجه: سی ایکس-۵۷۲ را می توان از قبل در این نگهدارنده بسته بندی کرد یا می توان از یک کارتریج تجاری سی ایکس-۵۷۲ استفاده کرد.



شکل ۴. برای دستگاه دود کردن خطی سروین (همچنین برای دستگاه دود کردن خطی بورگوالت یا کروین چرخشی یا تک کانال قابل استفاده است)



شکل ۵. برای دستگاه دود کردن خطی سروین (همچنین برای دستگاه دود کردن خطی بورگوالت قابل استفاده است).



شکل ۶. درپوش هایی که باید در کارتریج های سی ایکس-۵۷۲ قرار داده شوند تا از مکیده شدن محتویات به داخل دستگاه سیگار جلوگیری شود.

توجه: مطمئن شوید که کارتریج را مستقیماً پس از قرار دادن درپوش در یک ظرف دربسته (ویال) قرار دهید تا از آلودگی سی ایکس-۵۷۲ جلوگیری شود.

۱۵۰. معرف‌ها و لوازم

همه معرف‌ها باید حداقل از درجه معرف تحلیلی باشند، مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف‌ها با شماره‌های ثبت خدمات انتزاعی شیمیایی^۷ (CAS) شناسایی می‌شوند.

۱۵۰،۱. چهار و دو دی نیترو فیل هیدرازین هیدروکلراید (DNPH-HCl)، ۹۸ درصد (>) یعنی شرکت صنایع شیمیایی توکیو، با مسئولیت محدود شماره قطعه (D0846). شماره CAS: 55907-61-4.

۱۵۰،۲. محلول فرمالدهید-DNPH، ۱۰۰ میکروگرم در میلی‌لیتر (به عنوان آلدهید) یعنی Sigma-Aldrich/Supelco art. nr. CRM47177 Supelco. شماره CAS: 1081-15-8.

۱۵۰،۳. محلول استالدهید DNPH 1000 میکروگرم در میلی‌لیتر (به عنوان آلدهید) یعنی Sigma-Aldrich/Supelco art. nr. CRM4M7340 Supelco. شماره CAS: 1019-57-4.

۱۵۰،۴. محلول Acrolein-DNPH، ۱۰۰۰ میکروگرم در میلی‌لیتر (به عنوان آلدهید) یعنی Sigma-Aldrich/Supelco art. nr. CRM47342 Supelco. شماره CAS: 888-54-0.

۱۵۰،۵. استونیتریل، درجه HPLC. شماره CAS: 75-05-8.

۱۵۰،۶. اسید فسفریک ۸۵٪. شماره CAS: 7664-38-2.

۱۵۰،۷. دی سولفید کربن. شماره CAS: 75-15-0.

۱۵۰،۸. متانول، بی‌آب، با درجه تحلیلی. شماره CAS: 67-56-1.

۱۵۰،۹. اتانول، < ۹۸ درصد. شماره CAS: 64-17-5.

۱۵۰،۱۰. ذرات کربوکسن-۵۷۲، اندازه مش ۴۵/۲۰ یعنی Sigma-Aldrich/Supelco Cat. No. 11072-U.

۱۵۱. تهیه ظروف شیشه‌ای

۱۵۱،۱. ظروف شیشه‌ای را تمیز و خشک کنید تا از رفع آلودگی باقی‌مانده‌ها اطمینان حاصل کنید.

۱۵۲. آماده‌سازی محلول‌ها

۱۵۲،۱. معرف مشتق‌سازی (محلول DNPH).

7. Chemical Abstract Service

۱۵۲,۱,۱. تقریباً ۱ گرم از DNPH-HCL [7.1] را در یک فلاسک حجمی ۵۰ میلی لیتری وزن کنید.

۱۵۲,۱,۲. مقدار ۱۰ میلی لیتر اسید فسفریک اضافه کنید. [7.6]

۱۵۲,۱,۳. با استونیتریل تا ۵۰ میلی لیتر رقیق کنید. [7.5]

۱۵۲,۱,۴. محلول را به طور مداوم هم بزنید تا محلول شفاف با استفاده از دستگاه همزن مغناطیسی به دست آید. محلول را در دمای ۴ تا ۱۰ درجه سانتی گراد نگهداری کنید، این محلول به مدت یک ماه پایدار است.

۱۵۲,۲. محلول های استخراج: دو گزینه برای تهیه محلول های استخراج وجود دارد

۱۵۲,۲,۱. گزینه A: دی سولفید کربن و متانول.

۱۵۲,۲,۲. گزینه B: محلول مخلوط دی سولفید کربن و متانول (۱:۴) حاوی محلول استاندارد داخلی.

۱۵۲,۲,۳. برای تجزیه و تحلیل در ترکیب با بنزن و ۱،۳- بوتادین همان طور که در تابلت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۹ تجویز شده است، ۲۰ میلی لیتر دی سولفید کربن و ۵۰۰ میکرولیتر یا ۲۵۰ میکرولیتر محلول استاندارد داخلی (بنزن d6، ۵ میلی گرم بر میلی لیتر) به ۱۰۰ اضافه کنید. فلاسک حجمی میلی لیتر و با متانول رقیق می شود.

۱۵۲,۲,۴. محلول مخلوط دی سولفید کربن و متانول (۱:۴)

مقدار ۲۰ میلی لیتر دی سولفید کربن را به فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری اضافه کنید و با متانول تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. **توجه:** مقدار محلول استخراج تهیه شده را می توان براساس نیازهای واکافت تنظیم کرد. موارد زیر فقط با هدف توضیح ارائه شده است.

۱۵۳. آماده سازی استاندارد

۱۵۳,۱. محلول استاندارد مخلوط رقیق شده با آلدهید

۱۵۳,۱,۱. استانداردهای مرجع ۱ میلی لیتر فرمالدهید DNPH-[۷.۲]، ۱ میلی لیتر استالدهید- [۷.۳DNPH] و ۰.۱ میلی لیتر آکرولین DNPH-[۷.۴] را در یک فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری پیپت کنید.

- ۱۵۳،۱،۲. با اتانول [۷.۹] رقیق کنید و خوب مخلوط کنید.
- ۱۵۳،۱،۳. برچسب بزنید و در دمای 3 ± 4 درجه سانتی گراد در ویال‌های کهربایی نگهداری کنید.
- ۱۵۳،۲. محلول‌های استاندارد مخلوط نهایی آلدهید
- ۱۵۳،۲،۱. محلول‌های استاندارد نهایی را مطابق جدول ۱ تهیه کنید.
- ۱۵۳،۲،۲. حجم‌های اسپایک محلول استاندارد مخلوط رقیق شده [۱۰.۱] و ۰.۲ میلی‌لیتر محلول DNP [۹.۱] را در فلاسک‌های حجمی ۵ میلی‌لیتری (برای محلول دوار ۰.۴ میلی‌لیتری DNP در ۱۰ میلی‌لیتر) افزایش دهید.
- ۱۵۳،۲،۳. با اتانول [۷.۹] تا نقطه علامت زده شده پر کنید و خوب مخلوط کنید.
- ۱۵۳،۲،۴. برچسب بزنید و در دمای 3 ± 4 درجه سانتی گراد نگهداری کنید.
- توجه:** ۱۰ میلی‌لیتر حجم نهایی [۱۰.۱] استانداردهای مخلوط تهیه شده است. حجم نهایی ۵ میلی‌لیتر (برای خطی) یا ۱۰ میلی‌لیتر (برای دوار) به ترتیب حجم نهایی استانداردهای کاری است که در جدول ۱ نشان داده شده است. غلظت نهایی آلدهید در محلول‌های استاندارد در جداول زیر نشان داده شده است.

جدول ۱- الف. دستگاه دود کننده خطی: غلظت آلدهیدها در محلول های استاندارد کاری (mg/L)

حجم مخلوط محلول استاندارد استاندارد		حجم نهایی (mL), V _{tot}	غلظت تقریبی آلدهید در محلول استاندارد مخلوط نهایی بر حسب میلی گرم در لیتر برای دستگاه دود کننده خطی، (mg/L)					
			فرمالدهید		استالدهید		آکرولین	
			mg/L	µg/cig	mg/L	µg/cig	mg/L	µg/cig
۱	۰.۰۵	۵	۰.۱	۱۰	۱.۰	۱۰۰	۰.۱	۱۰
۲	۰.۲۵	۵	۰.۵	۵۰	۵.۰	۵۰۰	۰.۵	۵۰
۳	۰.۵۰	۵	۱.۰	۱۰۰	۱۰	۱۰۰۰	۱.۰	۱۰۰
۴	۱.۰۰	۵	۲.۰	۲۰۰	۲۰	۲۰۰۰	۲.۰	۲۰۰
۵	۲.۰۰	۵	۴.۰	۴۰۰	۴۰	۴۰۰۰	۴.۰	۴۰۰

۱. جدول ۱- ب. دستگاه دود کننده دوار: غلظت آلدهیدها در محلول های استاندارد کاری (mg/L)

حجم مخلوط محلول استاندارد استاندارد		حجم نهایی (mL), V _{tot}	غلظت تقریبی آلدهید در محلول استاندارد مخلوط نهایی بر حسب میلی گرم در لیتر برای دستگاه دود کننده دوار، (mg/L)					
			فرمالدهید		استالدهید		آکرولین	
			mg/L	µg/cig	mg/L	µg/cig	mg/L	µg/cig
۱	۰.۰۴	۱۰	۰.۰۴	۸	۰.۴	۸۰	۰.۰۴	۸
۲	۰.۲۰	۱۰	۰.۲	۴۰	۲	۴۰۰	۰.۲	۴۰
۳	۰.۴۰	۱۰	۰.۴	۸۰	۴	۸۰۰	۰.۴	۸۰
۴	۱.۰۰	۱۰	۱.۰	۲۰۰	۱۰	۲۰۰۰	۱.۰	۲۰۰
۵	۲.۰۰	۱۰	۲.۰	۴۰۰	۲۰	۴۰۰۰	۲.۰	۴۰۰

محدوده محلول‌های استاندارد ممکن است بسته به تجهیزات مورد استفاده و نمونه‌های مورد آزمایش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی روی حساسیت روش اعمال شده، تنظیم شود.

تمام حلال‌ها و محلول‌ها باید قبل از استفاده در دمای اتاق تنظیم شوند.

۱۵۴. نمونه‌گیری

۱۵۴،۱. از سیگار براساس ایزو ۸۲۴۳ [۲.۴]، نمونه بگیرید. رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده مطابق با رویه هر آزمایشگاه، یا زمانی که توسط مقررات خاص یا در دسترس بودن نمونه‌ها لازم باشد، استفاده شود.

۱۵۴،۲. تشکیل نمونه سنجش

۱۵۴،۲،۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت امکان به واحدهای جداگانه (مانند بسته، ظرف نگه‌دارنده) تقسیم کنید.

۱۵۴،۲،۲. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه سنجش از حداقل ۷n [۲.۹] از واحدهای مجزا (به عنوان مثال بسته، ظرف نگه‌دارنده) بگیرید.

توجه: روش نمونه‌گیری اختیاری اعمال می‌شود. ۷n یکی از روش‌هایی است که اغلب در عمل استفاده می‌شود و در بسیاری از موقعیت‌ها به خوبی کار می‌کند [۲.۹]

۱۵۵. آماده‌سازی سیگار

۱۵۵،۱. همه سیگارها را آماده کنید که مطابق با ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] دود شوند.

۱۵۵،۲. سیگارها را مطابق با ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] و راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۶] در طول ته سیگار علامت‌گذاری کنید.

۱۵۵،۳. نمونه‌های سنجش را برای دودشدن تحت شرایط شدید دودکردن، همان‌طور که در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۶] مشخص شده است، آماده کنید.

۱۵۶. آماده‌سازی دستگاه دود کننده

۱۵۶،۱. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دودکردن در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۱۵۶,۲. مشخصات دستگاه دود کننده

مشخصات دستگاه ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] را دنبال کنید، به جز دود کردن شدید همان طور که در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۶] توضیح داده شده است.

۱۵۶,۳. تله دود را همان طور که در بالا توضیح داده شد آماده کنید [۶.۱۷]. تله دود را طوری آماده کنید که مطابق شکل ها یکدست شوند. شکل ۱-۵ بالا.

۱۵۷. تولید نمونه

۱۵۷,۱. نمونه های آزمایش سیگار را همان طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] یا راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است دود کنید، و آلدئیدهای دود اصلی را روی تله دود [۶.۱۷] حاوی کارتریج سی ایکس-۵۷۲ [۶.۱۵] و پد فیلتر فیبر شیشه ای جمع آوری کنید. [۶.۱۶].

۱۵۷,۲. در صورت امکان حداقل یک نمونه آزمایش مرجع برای استفاده برای کنترل کیفیت قرار دهید.

۲. جدول ۲. تعداد سیگارهایی که باید برای یک اندازه گیری در ماشین های دود کننده خطی و دوار دود شوند. برای برنامه دود کردن مناسب به پیوست ۲ مراجعه کنید.

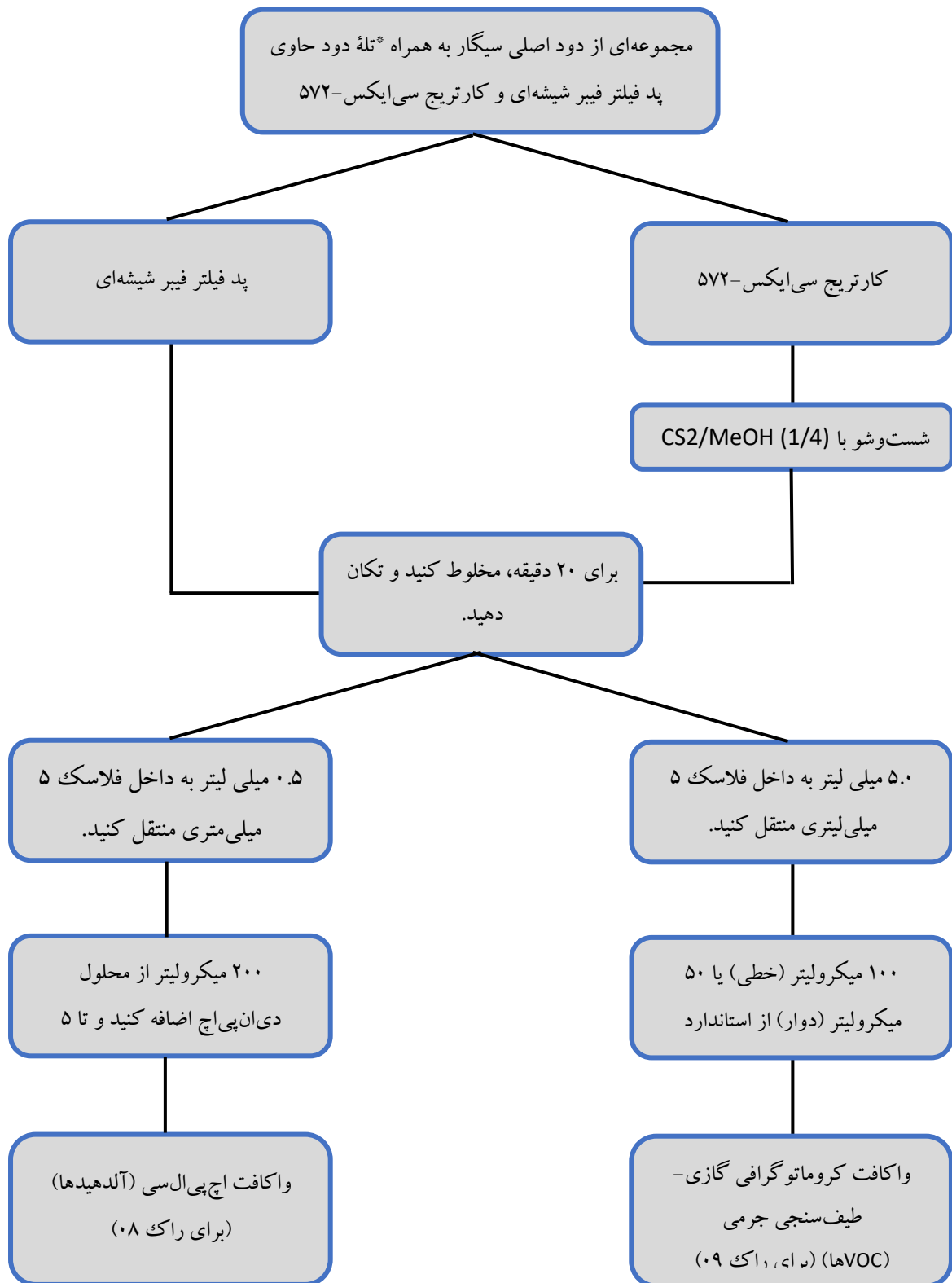
	رژیم دود کردن ایزو		رژیم دود کردن شدید	
	خطی	دوار	خطی	دوار
تعداد سیگارها به ازای هر تله	۱	۱	۱	۱
تعداد تله های دود به ازای نتیجه	۳	۳	۳	۳

۱۵۷,۳. تعداد سیگار و کل پک ها را برای هر تله دود ثبت کنید.

۱۵۷,۴. پس از دود کردن تعداد مورد نیاز نمونه آزمایشی، یک پک پاک کننده انجام دهید و تله دود را از دستگاه دود کننده بردارید.

۱۵۷,۵. یک نتیجه، میانگین سه اندازه گیری است.

۱۵۷,۶. اندازه گیری بلانک روی ۱۰ پک، حداقل یک بار در روز قبل از دود کردن نمونه سیگار انجام می شود.



* این انتخاب را داریم که تله دود را قبل و بعد از دود کردن وزن کنیم. اختلاف وزن اطلاعات کل ذرات معلق را به عنوان مرجع ارائه

شکل ۷. مروری بر رویه‌های تحلیلی برای تعیین هم‌زمان آلدهیدها (راک ۰۸) و مواد آلی فرار (راک ۰۹) در جریان اصلی دود سیگار.

۱۵۸. آماده سازی نمونه

برای استخراج، دو گزینه وجود دارد:

به طور جداگانه CS₂ و به دنبال آن MeOH را اضافه کنید (گزینه الف)

یا از مخلوطی از محلول استخراج استفاده کنید (گزینه ب)

۱۵۸,۱. گزینه الف (۱۵.۱.۱ تا ۱۵.۱.۵)

۱۵۸,۱,۱. به اندازه ۲ میلی لیتر (برای خطی) یا ۴ میلی لیتر (برای دوار) دی سولفید کربن [۷.۴] را

به ویال یا فلاسک [۶.۹] اضافه کنید. به آرامی ۸ میلی لیتر (برای خطی) یا ۱۶ میلی لیتر (برای دوار)

متانول اضافه کنید. این دو محلول را با هم مخلوط نکنید. سی ایکس-۵۷۲ به سرعت به محلول دو

فاز اضافه می شود.

۱۵۸,۱,۲. پس از این که حباب زدن متوقف شد، آن را به آرامی بچرخانید و پد فیلتر الیاف

شیشه ای را داخل ویال یا فلاسک قرار دهید.

۱۵۸,۱,۳. ویال یا فلاسک را ببندید.

۱۵۸,۱,۴. مخلوط را به آرامی روی یک شیکر دوار به مدت ۳۰ دقیقه با سرعت ۱۲۰ دور در

دقیقه تکان دهید.

۱۵۸,۱,۵. اجازه دهید نمونه حداقل ۱ دقیقه بماند (یا تا زمانی که ذرات ته نشین شوند).

۱۵۸,۲. گزینه ب (۱۵.۲.۱ تا ۱۵.۲.۴)

۱۵۸,۲,۱. فوراً ذرات کربوکسن ۵۷۲ و پد فیلتر الیاف شیشه ای را به داخل ویال یا فلاسک [۶.۹]

منتقل کنید.

۱۵۸,۲,۲. به آرامی ۱۰ میلی لیتر (برای خطی) یا ۲۰ میلی لیتر (برای دوار) مخلوط حلال [۹.۲.۲] را به

ویال یا فلاسک اضافه کنید. بلافاصله ویال یا فلاسک را ببندید.

۱۵۸,۲,۳. مخلوط را به آرامی روی یک شیکر دوار به مدت ۳۰ دقیقه با سرعت ۱۲۰ دور یا دور

در دقیقه تکان دهید.

۱۵۸,۲,۴. اجازه دهید نمونه حداقل ۱ دقیقه بماند (یا تا زمانی که ذرات ته نشین شوند).

۱۵۸,۳. مشتق سازی:

- ۱۵۸,۳,۱. اجازه دهید نمونه حداقل ۱ دقیقه بماند (یا تا زمانی که ذرات ته نشین شوند).
- ۱۵۸,۳,۲. به میزان ۰.۵ میلی لیتر مایع شستشو را با استفاده از یک سرنگ با سوزن به آرامی به یک ویال یا فلاسک انتقال دهید [۶.۱۰]
- ۱۵۸,۳,۳. به میزان ۲.۰ میلی لیتر محلول DNPH [۹.۱] اضافه کنید و به آرامی تکان دهید.
- ۱۵۸,۳,۴. اجازه دهید محلول به مدت ۱۰ دقیقه بماند و با اتانول [۷.۹] تا ۵ میلی لیتر رقیق شود و مخلوط شود.
- ۱۵۸,۳,۵. مقدار کافی را به یک ویال نمونه گیری خودکار HPLC منتقل کنید.

۱۵۹. تجزیه و تحلیل نمونه

این روش از HPLC برای تعیین کمیت فرمالدهید، استالدهید و آکروئین در دود اصلی سیگار استفاده می کند. آنالیت ها از سایر تداخلات بالقوه در ستون مورد استفاده جدا می شوند. مقایسه مساحت قله مجهولات با ناحیه قله غلظت های استاندارد شناخته شده، غلظت های منفرد آنالیت را به دست می دهد.

۱۵۹,۱. شرایط عملیات HPLC

این بخش نمونه ای از تجهیزات HPLC و شرایط عملیاتی را نشان می دهد.

ستون HPLC:	Ascentis RP-Amide (۱۵۰ میلی متر × ۴.۶ میلی متر، ۳ میکرومتر) یا معادل آن
حجم تزریق:	۱۰ میکرولیتر
دمای فر ستونی:	۳۰ ± ۵ درجه سانتی گراد (در صورت لزوم برای ستون خاص استفاده شده تغییر دهید).
گاززدا:	روشن
جریان پمپ بایتری:	۱.۰ میلی لیتر در دقیقه
فاز سیار الف:	آب
فاز سیار ب:	استونیتریل
گرادیان:	در جدول ۳ در زیر نشان داده شده است
زمان کل آنالیز:	۴۵ دقیقه
تشخیص اشعه فرابنفش:	۳۶۰ نانومتر یا حداکثر طول موج در ۳۰۰-۴۰۰ نانومتر

جدول ۳. گرادیان HPLC برای جداسازی آلدهیدها

الف: آب

ب: استونیتریل

ب (درصد)	الف (درصد)	زمان
۴۵	۵۵	۰
۴۵	۵۵	۱۰
۱۰۰	۰	۲۵
۱۰۰	۰	۳۰
۴۵	۵۵	۳۱
۴۵	۵۵	۴۰

توجه: بسته به شرایط ابزار و ستون و همچنین وضوح پیک‌های کروماتوگرافی، ممکن است نیاز به تنظیم پارامترهای عملیاتی باشد.

۱۵۹,۲. اطلاعات کلی تحلیلی

۱۵۹,۲,۱. برای شرایط شرح داده شده در اینجا، توالی مورد انتظار شستشو فرمالدهید-DNPH، استالدهید-DNPH و آکروئین-DNPH خواهد بود.

۱۵۹,۲,۲. در شرایطی که مواردی مانند سرعت جریان، غلظت فاز متحرک و سن ستون متفاوت باشد، می‌توان انتظار داشت که زمان ماند تغییر یابد.

۱۵۹,۲,۳. توالی تعیین آلدهیدها مطابق با عملکرد هر آزمایشگاه خواهد بود. در این بخش یک مثال آمده است.

۱۵۹,۲,۴. یک محلول بلانک (محلول استخراج) برای بررسی هرگونه آلودگی در سیستم یا معرف‌ها تزریق کنید.

۱۵۹,۲,۵. برای بررسی عملکرد سیستم HPLC-DAD یک بلنک استاندارد تزریق کنید.

۱۵۹،۲،۶. استانداردهای کالیبراسیون، کنترل کیفیت و نمونه‌ها را تزریق کنید.

۱۵۹،۲،۷. نواحی پیک فرمالدهید-DNPH، استالدهید-DNPH و آکروئین-DNPH را ثبت کنید.

توجه: توصیه می‌شود که یک محلول مخلوط آلدهید-DNPH- حاوی سایر آلدهیدهایی که ممکن است در محلول‌های نمونه وجود داشته باشد، قرار داده شود تا بررسی شود که آیا جداسازی کافی رخ می‌دهد یا خیر. این برای جلوگیری از تداخل و نتایج کاذب زیاد طراحی شده است.

۱۵۹،۲،۸. نمودار غلظت فرمالدهید، استالدهید و آکروئین اضافه شده (محور X) را مطابق با ناحیه پیک (محور Y) رسم کنید.

۱۵۹،۲،۹. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی داری با صفر داشته باشد.

۱۵۹،۲،۱۰. خطی بودن منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد گسترش یابد.

۱۵۹،۲،۱۱. رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید، و از شیب (b) و عرض از مبدا (a) رگرسیون خطی استفاده کنید. اگر رگرسیون خطی R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر هر نقطه از کالیبراسیون بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، این نقطه باید حذف شود.

۱۵۹،۲،۱۲. سیگنال‌ها (مناطق قله) به دست آمده برای تمام قسمت‌های آزمون باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرند. در غیر این صورت، راه حل‌ها باید تنظیم شوند.

توجه: برای کروماتوگرام‌های نمونه به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۱۶۰. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۱۶۰،۱. برای هر بخش آزمایش، پاسخ ناحیه پیک فرمالدهید، استالدهید و آکروئین را تعیین کنید.

۱۶۰،۲. برای هر بخش سنجش، نسبت پاسخ هر جاذب رطوبت (گلیسرول، پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول) به پاسخ استاندارد داخلی (Y_t) را از ناحیه قله محاسبه کنید.

۱۶۰،۳. غلظت فرمالدهید، استالدهید و آکروئین را بر حسب میلی گرم در لیتر برای هر بخش آزمایشی با استفاده از ضرایب رگرسیون خطی $mt = (Y_t - a) / b$ محاسبه کنید.

مقدار فرمالدهید، استآلدهید و آکروئین، mn، نمونه سیگار را بر حسب میکروگرم در هر سیگار با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$M_n = (M_t - M_{bl}) * \frac{V_t * V_s}{V_e * N_c}$$

که در آن:

M_n مقدار آلدهید محاسبه شده بر حسب میکروگرم در سیگار است

M_t غلظت آلدهید در محلول آزمایش بر حسب میلی گرم در لیتر است

M_{bl} غلظت محلول خالی نمونه بر حسب میلی گرم در لیتر است

V_t حجم محلول آزمایش بر حسب میلی لیتر است (۵ میلی لیتر برای خطی و ۵ میلی لیتر برای دوار)

V_s حجم حلال (CS₂ + MeOH) در میلی لیتر (۱۰ میلی لیتر برای خطی یا ۲۰ میلی لیتر برای دوار) است.

V_e حجم مایع مورد استفاده برای مشتق سازی است (۰.۵ میلی لیتر)

N_c تعداد سیگارهای دود شده روی یک کارت ریج است

توجه: در صورت نیاز، ممکن است از روش های محاسبه جایگزین استفاده شود.

۱۶۱. اقدامات احتیاطی خاص

۱۶۱،۱. پس از نصب ستون جدید، ستون را با تزریق نمونه، با استفاده از شرایط ابزار توصیف شده، قرار دهید.

تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) فرمالدهید-DNPH، استآلدهید-DNPH و آکروئین-DNPH قابل تکرار باشند.

۱۶۲. گزارش داده ها

۱۶۲،۱. هر اندازه گیری را برای هر یک از نمونه های ارزیابی شده گزارش کنید.

۱۶۲،۲. نتایج را طبق مشخصات روش گزارش کنید.

۱۶۲،۳. برای اطلاعات بیشتر، راک شماره ۰۲ تبلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۷] را ببینید.

۱۶۳. کنترل کیفیت

۱۶۳،۱. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه گیری های کنترل خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: رویه های اضافی تضمین کیفیت هر آزمایشگاه باید مطابق با سیاست های آزمایشگاه جداگانه انجام شود.

۱۶۳،۲. معرف آزمایشگاهی بلانک

برای تشخیص آلودگی بالقوه در طول فرآیندهای آماده سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک نمونه آزمایشی معرف (LRB) را که در بند ۱۶۲،۴ توضیح داده شده است، اضافه کنید. بلانک شامل تمام معرف ها و مواد مورد استفاده در انجام آنالیز بر روی نمونه های آزمایشی، از جمله استخراج سی ایکس-۵۷۲ و پد فیلتر الیاف شیشه ای است و به عنوان نمونه آزمایشی آنالیز می شود. جای خالی باید کمتر از حد تشخیص باشد.

نکته: در برخی از آزمایشگاه ها، به دلیل شرایط محیطی، خالی کردن کمتر حد تشخیص امکان پذیر نیست. در این حالت، یک ماده بلانک معرف آزمایشگاهی باید در هر آزمایش گنجانده شود و نتایج نمونه باید برای بلانک معرف آزمایشگاهی تصحیح شود.

۱۶۳،۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع (یا یک نمونه کنترل کیفیت مناسب) را مطابق با رویه های آزمایشگاه های جداگانه تجزیه و تحلیل کنید.

۱۶۳،۴. کنترل کیفیت بیشتر

نمونه های بیشتر کنترل کیفیت ممکن است مطابق با خط مشی آزمایشگاهی اضافه شوند.

۱۶۴. روش مشخصات عملکرد

۱۶۴،۱. حد گزارش دهی

حد گزارش بر روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون تنظیم شده است که مجدداً به میلی گرم در گرم محاسبه می شود (یعنی ۸ تا ۱۰ میکروگرم در سیگار برای فرمالدهید و آکروئین و ۸۰ تا ۱۰۰ میکروگرم در سیگار برای استالدهید با ۰.۰۴ تا ۰.۱۰ میلی گرم در لیتر و ۰.۴۱۰ تا ۱.۰ میلی گرم در لیتر به عنوان کمترین محلول کالیبراسیون).

۱۶۴،۲. بازیابی ماتریس تقویت شده توسط آزمایشگاه

بازیابی آنالیت وارد شده به ماتریس به عنوان یک اندازه گیری جایگزین برای دقت استفاده می شود. بازیابی با افزایش مقادیر شناخته شده استاندارد (پس از دود کردن) و استخراج با همان روشی که برای نمونه ها استفاده می شود تعیین می شود. نمونه های بدون علامت نیز تجزیه و تحلیل می شوند. بازیابی با فرمول زیر محاسبه می شود:

$$\text{بازیابی} = 100 \times (\text{نتیجه تجزیه} - \text{نتیجه اسپایک نشده}) / \text{مقدار اسپایک شده}$$

آکروئین		استالدهید		فرمالدهید	
بازی	میانگین	مقدار	بازی	مقدار	میانگین
ابی	(میلی گرم)	افزایش یافته	ابی	افزایش یافته	بازیابی
(در)	(گرم)	(میلی گرم)	(در)	(میلی گرم)	(درصد)
(صد)	(گرم)	(گرم)	(صد)	(گرم)	(گرم)
۱۰۱.۸	۲۲.۳	۲۱.۹	۱۰۸.۲	۴۱۶.۵	۳۸۵.۰
۹۴.۳	۴۱.۴	۴۳.۹	۹۳.۸	۷۲۲.۲	۷۷۰.۰
۹۸.۱	۸۶.۰	۸۷.۷	۹۱.۴	۱۴۰۷.۸	۱۵۴۰.۰

جدول ۴. میانگین و بازیابی آنالیت وارد شده به ماتریس

۱۶۴,۳. ویژگی تحلیلی

زمان ماند آنالیت مورد نظر برای تأیید ویژگی تحلیلی استفاده می شود. یک محدوده مشخص از پاسخ مؤلفه به دود سیگار کنترل کیفیت برای تأیید ویژگی نتایج از یک نمونه ناشناخته استفاده می شود.

۱۶۴,۴. خطی بودن

منحنی های کالیبراسیون آلدئیدها در محدوده غلظت استاندارد از ۰.۰۴ تا ۴ میلی گرم در لیتر برای فرمالدهید و آکروئین و از ۰.۴ تا ۴۰ میلی گرم در لیتر برای استالدهید خطی هستند.

۱۶۴,۵. تداخل احتمالی

وجود سایر آلدئیدها می تواند باعث تداخل شود، زیرا زمان ماند ممکن است مشابه آلدئیدهایی باشد که باید تعیین شوند.

۱۶۵. تکرارپذیری و تکرارپذیری

یک مطالعه مشترک بین المللی که در سال های ۲۰۱۵-۲۰۱۷ بر روی ۱۰ آزمایشگاه و پنج نمونه (سه سیگار مرجع و دو برند تجاری) و مطابق با راک شماره دو (تبلنت سازمان جهانی بهداشت) [۲.۷] انجام شد، محدودیت های دقت زیر را برای این روش ارائه داد.

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه‌های تنباکوی میچ شده توسط اپراتور مشابه با استفاده از تجهیزات مشابه در کوتاه‌ترین زمان ممکن از تکثیرپذیری، ۲— به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های تنباکوی میچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R— به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج آزمون مطابق با ایزو ۱-۵۷۲۵ [۲.۱۱] و ایزو ۲-۵۷۲۵ [۲.۵] تجزیه و تحلیل آماری شد و داده‌های دقت در جدول‌های ۵ تا ۷ نشان داده شده است.

برای محاسبه ۲ و R، نتیجه یک سنجش تحت شرایط دود کردن ایزو به‌عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده چهار پد فیلتر کمبریج (CFPs) (پنج نخ سیگار در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و یک CFP (۲۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف می‌شود. در شرایط دود کردن شدید، یک نتیجه آزمایش به‌عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده هفت CFP (سه سیگار دود شده در هر پد) از ماشین‌های دود کردن خطی و دو CFP (۱۰ نخ سیگار در هر پد) برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف شد. برای اطلاعات بیشتر، به مرجع [۲.۶] مراجعه کنید.

جدول ۵ الف و ۵ ب محدودیت‌های دقیق برای تعیین فرمالدهید (سیگار g/μ) در جریان اصلی دود سیگار مواد مرجع آزمایش.

فرمالدهید*: رژیم دود کردن ایزو، سیگار g/μ				سیگارهای مرجع
N	m _{cig}	r _{limit}	R _{limit}	
۸	۵/۹۲	۱/۴۳	۲/۰۸	1R5F
۸	۲۲/۸۷	۳/۰۵	۱۳/۳۴	3R4F
۸	۴۸/۹۴	۴/۵۴	۳۷/۵۳	CM6
۹	۳۱/۵۸	۶/۲۷	۳۱/۸۲	سیگار تجاری ۱
۹	۳۱/۶۶	۵/۹۸	۲۴/۷۴	سیگار تجاری ۲

فرمالدهید*: رژیم دود کردن شدید ایزو، سیگار g/μ				سیگارهای مرجع
N	m _{cig}	r _{limit}	R _{limit}	

۳۹/۵۱	۴/۴۹	۳۶/۹۲	۹	1R5F
۷/۶۲	۵/۳۸	۷۲/۹۹	۶	3R4F
۱۲/۱۷	۶/۷۶	۸۴/۸۳	۶	CM6
۲۳/۹۲	۵/۶۴	۵۵/۱۱	۸	سیگار تجاری ۱
۳۰/۹۰	۷/۶۷	۵۸/۰۵	۹	سیگار تجاری ۲

جدول ۶ الف و ۶ ب. محدودیت‌های دقت برای تعیین استالدهید (سیگار μg) در جریان اصلی دود سیگار مواد مرجع آزمایش.

استالدهید: رژیم دود کردن ایزو، سیگار μg				سیگارهای مرجع
R_{limit}	r_{limit}	m_{cig}	N	
۳۶/۸۰	۲۶/۰۰	۱۵۶/۲۱	۹	1R5F
۱۵۱/۵۲	۵۵/۸۲	۵۰۱/۶۱	۱۰	3R4F
۴۸/۲۲	۴۴/۰۵	۷۴۲/۸۳	۶	CM6
۲۹۵/۲۴	۸۰/۰۷	۶۴۱/۲۵	۹	سیگار تجاری ۱
۱۲۴/۱۷	۵۵/۸۱	۵۹۲/۴۳	۸	سیگار تجاری ۲

استالدهید: رژیم دود کردن شدید ایزو، سیگار μg				سیگارهای مرجع
R_{limit}	r_{limit}	m_{cig}	N	
۱۶۸/۶۰	۹۰/۵۱	۸۶۶/۶۰	۸	1R5F
۲۹۰/۹۰	۱۱۴/۹۹	۱۰۵۴/۴۷	۹	3R4F
۷۸/۰۹	۶۲/۹۶	۹۶۱/۷۵	۶	CM6
۲۸۸/۴۲	۱۰۰/۶۲	۹۹۰/۹۳	۹	سیگار تجاری ۱
۳۳۴/۱۷	۱۲۴/۴۸	۹۳۰/۳۸	۹	سیگار تجاری ۲

جدول ۲ الف و ۲ ب محدودیت‌های دقیق برای تعیین آکروئین (اکریل آلدهید) (سیگار g/μ) در جریان اصلی دود سیگار مواد مرجع آزمایش

اکریل آلدهید: رژیم دود کردن ایزو، سیگار g/μ				سیگارهای مرجع
R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	
۱/۸۴	۱/۸۱	۹/۶۰	۷	1R5F
۱۹/۲۹	۴/۷۷	۴۸/۱۲	۷	3R4F
۳۷/۳۰	۹/۷۰	۶۷/۷۷	۹	CM6
۱۶/۱۹	۷/۳۱	۴۵/۲۲	۷	سیگار تجاری ۱
۵۴/۴۰	۷/۴۵	۵۷/۳۱	۹	سیگار تجاری ۲

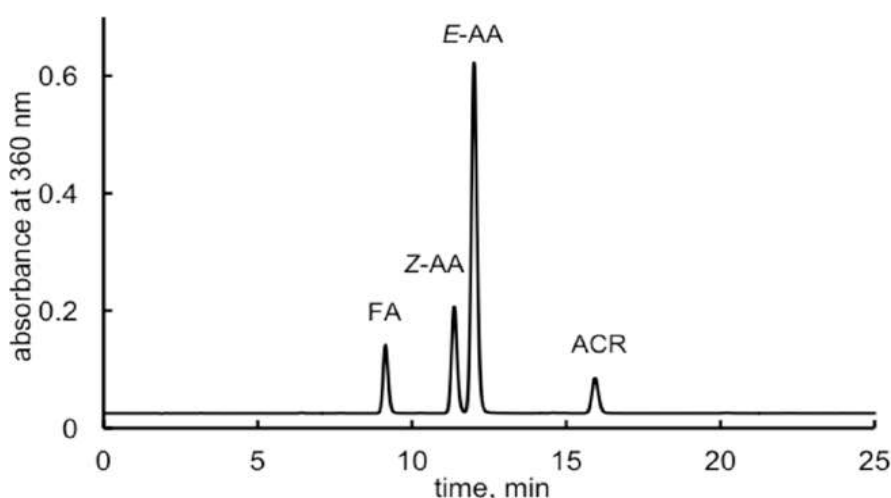
استالدهید: رژیم دود کردن شدید ایزو، سیگار g/μ				سیگارهای مرجع
R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	
۱۲۰/۵۵	۱۷/۳۷	۱۰۷/۴۰	۸	1R5F
۱۳۸/۱۷	۲۴/۴۹	۱۳۷/۲۵	۹	3R4F
۱۰۸/۳۳	۲۶/۹۳	۱۲۱/۰۱	۹	CM6
۱۱۷/۰۴	۱۴/۸۲	۱۱۱/۰۵	۸	سیگار تجاری ۱
۱۶۳/۲۸	۲۷/۹۷	۱۲۰/۱۶	۹	سیگار تجاری ۲

توجه داشته باشید:

- این روش مطالعه به دلیل آنکه یک ماهیت بسیار فرار و آبدوست دارد، در مقایسه با دیگر روش‌ها برای جمع‌آوری فرمالدهید، مناسب نیست [۱۱.۲].
- با توجه به الف) تکرارپذیری نسبی (۲٪) کمتر از ۳۰٪ است. ب) تعداد کم آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده (≥ 10) و ج) مقادیر دقت بین آزمایشگاهی با تغییرات نسبتاً بالایی همراه است، می‌توان این روش را به‌طور مشروط، تأیید شده در نظر گرفت.
- براساس تمام داده‌های به‌دست آمده، این روش برای آزمایش و اندازه‌گیری آلدهیدها در جریان اصلی دود سیگار و برای طیف وسیعی از غلظت‌های مورد نظر، مناسب است.

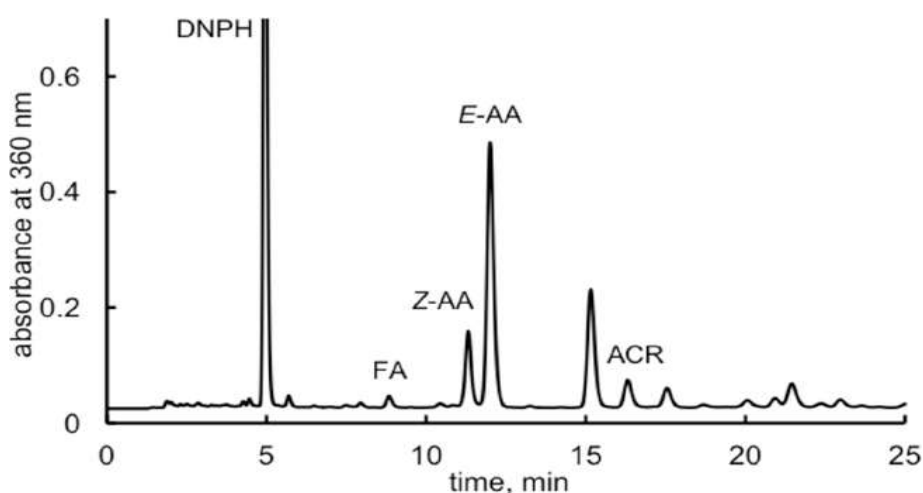
پیوست ۱. کروماتوگرام‌های معمول به دست آمده در تعیین آلدهیدها در جریان اصلی دود سیگار

فرمالدهید دی‌ان‌پی هیدرانوز (FA)، استالدهید-دی‌ان‌پی هیدرانوز (AA)، آکرولین-دی‌ان‌پی هیدرونوز (ACR)



نمودار الف ۱: کروماتوگرام HPLC از یک استاندارد کالبراسیون کربونیل ترکیبی معمول با استفاده از ستون استتیس ار پی آمید (۱۵۰ میلی‌متر × ۴.۶ میلی‌متر، ۳ میکرومتر).

فرمالدهید دی‌ان‌پی هیدرانوز (FA)، استالدهید-دی‌ان‌پی هیدرانوز (AA)، آکرولین-دی‌ان‌پی هیدرونوز (ACR)



شکل الف ۲: کروماتوگرام HPLC کربونیل‌ها در عصاره DNPH در جریان اصلی دود تنباکو با استفاده از ستون استتیس ار تی آمید (۱۵۰ میلی‌متر × ۴.۶ میلی‌متر، ۳ میکرومتر)

پیوست ۲: طرح دود کردن سیگار

طرح‌های دود کردن سیگار توصیف شده براساس پنج نمونه مختلف (مارک/نوع سیگار) و هفت تکرار در هر نمونه است. اگر تعداد متفاوتی از نمونه‌ها یا تکرار مورد نیاز است، برنامه‌ها باید بر این اساس تنظیم شوند.

طرح دود کردن برای دستگاه دود کننده سیگار خطی با ۲۰ درگاه (یک نخ سیگار در هر کارتریج)

Day	Port number																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	A				B				C				D				E			
		A				B				C				D				E		
			A				B				C				D				E	
2		D				E				A				B				C		
			D				E				A				B				C	
				D				E				A				B				C
3	B				C		C				D				E				A	
			B					C				D				E				A
				B					D				E				A			
4	E				A				B				C				D			
		E				A				B				C				D		
				E				A				B				C				D
5	C				D				E				A				B			
		C				D				E				A				B		
			C				D				E				A				B	
6				D				C				B				A				E
	D				C				B				A				E			
		D				C				B				A				E		
7			C				B				A				E				D	
		C				B					A				E					D
				C				B				A				E				D

شماره: راک ۰۹

تاریخ: ۳۱ آگوست ۲۰۱۸



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین مواد آلی فرار در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید

روش:	تعیین مواد آلی فرار در جریان اصلی دود سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید
آنالیت‌ها:	بنزن (CAS#۷۱-۴۳-۲) ۱،۳ بوتادین (CAS#۱۰۶-۹۹-۰)
ماتریس:	ذرات جریان اصلی دود توتون سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	۳۱ آگوست ۲۰۱۸

روش انجام کار برای تعیین مواد آلی فرار در جریان اصلی دود سیگار سیگار تحت شرایط ایزو و دود کردن شدید، روش رسمی تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۹

ISBN 978 92 4 151477 4

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۸

برخی از حقوق محفوظ است. این اثر تحت مجوز «خلاقیتهای مشاع با شروط ذکر منبع، غیرتجاری و قابل اشتراک گذاری اثرهای جدید ناشی از آن» در دسترس است. «مجوز

« (CC BY-NC-SA 3.0 IGO; <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/3.0/igo>)

طبق شرایط این مجوز، می‌توانید اثر را برای مقاصد غیرتجاری کپی، مجدداً توزیع و تطبیق دهید، مشروط بر اینکه اثر به‌طور مناسب، همان‌طور که در زیر نشان داده شده است، ذکر شده باشد. در هر گونه استفاده از این کار، نباید پیشنهادی مبنی بر اینکه سازمان جهانی بهداشت، محصولات یا خدمات خاصی را تأیید می‌کند وجود داشته باشد. استفاده از لوگوی سازمان جهانی بهداشت مجاز نیست. اگر کار را الگوبرداری کردید، پس باید کار خود را تحت همان مجوز «خلاقیتهای مشاع» یا معادل آن ارائه دهید. اگر ترجمه‌ای از این اثر ایجاد می‌کنید، باید سلب مسئولیت زیر را به همراه نقل قول پیشنهادی اضافه کنید: «این ترجمه توسط سازمان جهانی بهداشت ایجاد نشده است. سازمان جهانی بهداشت مسئولیتی در قبال محتوا یا صحت این ترجمه ندارد. نسخه اصلی انگلیسی باید نسخه لازم‌الاجرا (تألیف شده) و معتبر باشد.

هر گونه مداخله مربوط به اختلافات ناشی از مجوز باید مطابق با قوانین مداخله سازمان جهانی مالکیت فکری انجام شود
نقل قول پیشنهادی. اقدام عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو، روش رسمی تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۹. ژنو: سازمان جهانی بهداشت، ۲۰۱۷. مجوز: CC BY-NC-SA 3.0 IGO

اطلاعات فهرست‌نویسی در انتشارات (سی‌آی‌پی): در <http://apps.who.int/iris> در دسترس است.

فروش، حقوق و صدور مجوز. برای خرید انتشارات سازمان جهانی بهداشت، به <http://apps.who.int/bookorders> مراجعه کنید.

برای ارسال درخواست‌ها برای استفاده تجاری و سوالات مربوط به حقوق و مجوز، به <http://www.who.int/about/licensing> مراجعه کنید.

اطلاعات شخص ثالث. اگر می‌خواهید از مطالب این اثر که به شخص ثالث نسبت داده می‌شود، مانند جداول، شکل‌ها یا تصاویر، مجدداً استفاده کنید، این مسئولیت شماست که تعیین کنید آیا برای آن استفاده مجدد به مجوز نیاز است یا خیر و

از دارنده حق نسخه برداری اجازه بگیرید. خطر ادعاهای ناشی از نقض هر جزء متعلق به شخص ثالث در کار صرفاً بر عهده کاربر است.

سلب مسئولیت عمومی. نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت قانونی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مراجع آن، یا در مورد تحدید حدود آن نیست. حد و حدود یا مرزها خطوط نقطه چین و پراکنده بودن بر روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهد که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد.

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه می شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

همه اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت به هیچ وجه مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس.

شماره: راک ۰۹

تاریخ: ۳۱ آگوست ۲۰۱۸

هیچ رژیم دستگاه دود کننده نمی تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دود کننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه گیری های ماشینی به سیگاری ها می تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه گیری های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت ها در اندازه گیری های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۰۹

تاریخ: ۳۱ آگوست ۲۰۱۸

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلوچاو) به عنوان یک روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری مواد جاذب رطوبت در پرکننده توتون سیگار تهیه شده است

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. «کنفرانس اعضا» (کاپ) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دابلوچاو افسی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
 - آمونیاک
 - مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))
- اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه انتشارات زیر را در جریان اصلی دود سیگار شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴۰ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (انان‌کی)

• نرمال - نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکروئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم دود کردن دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکروئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم دود کردن دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (ml)	بسامد دود	دریچه‌های تهویه فیلتر
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد	۳۵	هر ۶۰ ثانیه یکبار	بدون تغییر
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح شده است	۵۵	هر ۳۰ ثانیه یکبار	تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪ همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.

این روش راک برای هدایت آزمایشگاه‌های شرکت کننده در خصوص انجام تجزیه و تحلیل اجزای آلی فرار در جریان اصلی دود سیگار ایجاد شد. برای محصولات تنباکو به غیر از سیگار، ممکن است پارامترهای خاصی از پارامترهای ارائه شده در سند تنظیم شود.

۱۶۶. محدوده

این روش برای تعیین کمی دو ماده آلی فرار زیر در دود اصلی سیگار: بنزن و ۱،۳-بوتادین با استفاده از دستگاه GC-MS مناسب است.

بنزن و ۱،۳-بوتادین مواد سرطان‌زای قوی هستند. بنزن و ۱،۳-بوتادین در اصل در برگ‌های تنباکو وجود ندارند، اما از احتراق مواد آلی در طی سوزاندن سیگار به وجود می‌آیند.

توجه: آموزش استفاده از دستگاه دود کردن و سایر تجهیزات آزمایشگاهی برای عملکرد موفقیت آمیز مهم است. برای کسانی که در کار با ماشین‌های دود کننده یا واکافت کردن با استفاده از روش‌های تحلیلی برای اندازه‌گیری مواد منتشره و محتویات محصولات دخانی تجربه ندارند، باید آموزش ببینند.

۱۶۷. منابع

۱، ۱۶۷. ایزو ۳۳۰۸ دستگاه تحلیلی معمول دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۲۰۱۲.

۲، ۱۶۷. ایزو ۴۳۸۷ سیگار - تعیین کل ذرات معلق و بدون نیکوتین با استفاده از یک دستگاه دود کننده تحلیلی معمولی. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۲۰۰۰.

۳، ۱۶۷. ایزو ۳۴۰۲ تنباکو و فرآورده‌های تنباکو - جوی برای آماده‌سازی و سنجش. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۱۹۹۹.

۴، ۱۶۷. ایزو ۸۲۴۳ سیگار - نمونه‌گیری. ژنو: سازمان بین‌المللی استاندارد. ۲۰۰۶.

۵، ۱۶۷. ایزو ۵۷۲۵-۲ صحت (راستی و دقت) یا روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرارپذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه‌گیری استاندارد.

۶، ۱۶۷. شبکه آزمایشگاهی تنباکو، روش انجام کار برای دود کردن شدید (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۱). ژنو: سازمان جهانی بهداشت؛ ۲۰۱۲.

http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/75261/9789241503891_eng.pdf;sequence=1

مشاهده شده در ۳ سپتامبر ۲۰۱۸

۱۶۷,۷. شبکه آزمایشگاهی تنباکو. روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره

محصولات تنباکو. (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۲) ژنو: سازمان جهانی بهداشت؛ ۲۰۱۲

(<http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/254998/9789241512060-eng.pdf?sequence=1>)

مشاهده شده در ۳ سپتامبر ۲۰۱۸

۱۶۷,۸. شبکه آزمایشگاهی تنباکو. روش انجام کار برای تعیین آلدهیدها در جریان دود اصلی سیگار تحت

شرایط ایزو و دود کردن شدید. (تبلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۸) ژنو: سازمان جهانی بهداشت (Jn Press).

۱۶۷,۹. دفتر مقابله با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد. دستورالعمل نمونه‌گیری دارویی نماینده وین: بخش

آزمایشگاهی و علمی. ۲۰۰۹

(http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf).

۱۶۷,۱۰. ایزو ۵۷۲۵-۱ صحت (راستی و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری، بخش ۱: اصول و تعاریف کلی. ژنو:

سازمان بین‌المللی استاندارد. ۱۹۹۴.

۱۶۷,۱۱. Uchiyama, S.; Tomizawa, T.; Inaba, Y.; Kunugita, N. Simultaneous determination of

volatile organic compounds and carbonyls in mainstream cigarette smoke using a sorbent cartridge followed by two-step elution. J Chromatogr A, 2013. 1314:31-7. doi: 10.1016/j.chroma.2013.09.019.

۱۶۷,۱۲. Uchiyama, S.; Hayashida, H.; Izu, R.; Inaba, Y.; Nakagome, H.; Kunugita, N.

Determination of nicotine, tar, volatile organic compounds and carbonyls in mainstream cigarette smoke using a glass filter and a sorbent cartridge followed by the two-phase / one-pot elution method with carbon disulfide and methanol. Journal of Chromatography A 2015. 1426:48-55. doi.org/10.1016/j.chroma.2015.11.058.

۱۶۸. اصطلاحات و تعاریف

سی‌ایکس-۵۷۲: غربال مولکولی کربن Carboxen ۵۷۲

رژیم شدید: پارامترهایی برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵ میلی‌لیتری، فاصله میان پک ۳۰ ثانیه،

طول پک ۲ ثانیه و مسدود کردن ۱۰۰٪ دریچه‌های تهویه فیلتر است.

رژیم ایزو: پارامترهای مربوط به محصولات تنباکوی دود کردن دخانیات که شامل حجم پک ۳۵ میلی لیتری، فاصله پک ۶۰ ثانیه، مدت زمان پک ۲ ثانیه و عدم مسدود شدن دریچه تهویه فیلتر است.

نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، شامل یک نوع محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می شود.

تله دود: وسیله ای برای جمع آوری بخشی از دود از نمونه سیگار که برای تعیین اجزای دود مشخص ضروری است.

بخش مورد سنجش: بخش تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه سنجش باشد.

نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش که به صورت تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته می شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.

فرآورده های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته شده اند و برای استفاده در دود کردن، مکیدن، جویدن یا دمیدن استفاده می شوند (ماده ۱ کنوانسیون چارچوب کنترل دخانیات سازمان بهداشت جهانی)

TPM: کل ذرات معلق

۱۶۹. خلاصه روش اجرایی

۱۶۹،۱. جریان اصلی دود سیگار طبق رژیم شدید سازمان جهانی بهداشت یا رژیم ایزو انجام می شود. یک نخ سیگار در هر تله دود حاوی ۳۰۰ میلی گرم ذرات CX-572 و یک پد فیلتر فیبر شیشه ای دود می شود.

۱۶۹،۲. کل ذرات معلق از نمونه سنجش سیگار بر روی یک محفظه دود حاوی ۳۰۰ میلی گرم ذرات سی ایکس-۵۷۲ و یک پد فیلتر فیبر شیشه ای (که معمولاً به عنوان پد فیلتر الیاف شیشه ای شناخته می شود) به دام می افتند.

۱۶۹،۳. اجزای آلی فرار با افزودن محلولی حاوی مخلوطی از دی سولفید کربن و متانول بر روی ذرات کربوکسن و صفحه فیلتر فیبر شیشه ای استخراج می شوند.

۱۶۹،۴. تعیین تحلیلی وی اوسی ها (۱،۳-بوتادین و بنزن) توسط دستگاه GC-MS با حالت یونیزاسیون الکترون انجام می شود.

۱۶۹،۵. نسبت مساحت قله کروماتوگرام یونی بازسازی شده آنالیت بومی به استاندارد داخلی نشان‌دار شده بر روی یک منحنی کالیبراسیون ایجاد شده با واکافت استاندارد با غلظت‌های شناخته شده بنزن و ۱،۳- بوتادین برای تعیین مقایسه می‌شود.

۱۶۹،۶. محتوای بنزن و ۱،۳- بوتادین در هر بخش سنجش.

۱۶۹،۷. روش شرح داده شده در این راک به‌طور همزمان سطح آلدئیدها (راک ۰۸) و مواد آلی فرار (راک ۰۹) تولید شده در جریان دود اصلی سیگار را سنجش و اندازه‌گیری می‌کند.

۱۷۰. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

۱۷۰،۱. مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر از احتیاطات ایمنی و محیطی معمول پیروی کنید.

۱۷۰،۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می‌تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند قصد ندارد به تمام جنبه‌های ایمنی مرتبط با استفاده از آن بپردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می‌کنند، مسئولیت دارند که با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را در ارتباط با هر گونه الزامات مقرراتی قابل اجرا موجود قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.

۱۷۰،۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت‌های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق‌نشده، محلول‌های استاندارد، محلول‌های استخراج یا نمونه‌های جمع‌آوری شده از یک هود شیمیایی و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۱۷۱. دستگاه‌ها و تجهیزات

۱۷۱،۱. تجهیزات مورد نیاز برای حالت دادن به سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] مشخص شده است.

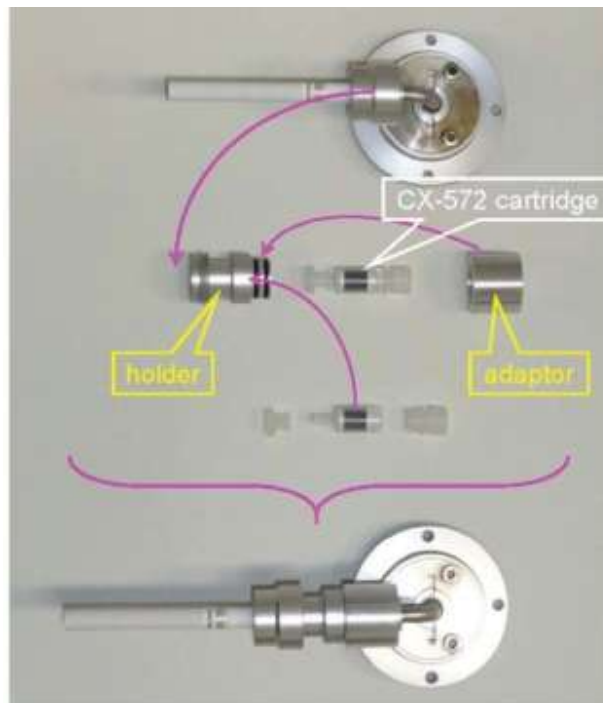
۱۷۱،۲. تجهیزات مورد نیاز برای علامت‌گذاری ته سیگار همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] مشخص شده است.

۱۷۱،۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشاندن دریچه‌های تهویه فیلتر برای رژیم شدید همان‌طور که در تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۱ [۲.۶] مشخص شده است.

۱۷۱،۴. تجهیزات مورد نیاز برای انجام دود کردن محصولات سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۱۷۱،۵. ترازوی تحلیلی با قابلیت اندازه‌گیری حداقل تا چهار رقم اعشار.

- ۱۷۱،۶. پیت‌ها و نوک‌هایی که قادر به پخش دقیق حجم‌های ۵-۵۰۰۰ میکرولیتر هستند.
- ۱۷۱،۷. سیپتوم یا معادل آن با پوشش تفلون.
- ۱۷۱،۸. فلاسک‌های حجمی ۵ میلی‌لیتر، ۱۰ میلی‌لیتر، ۵۰ میلی‌لیتر یا معادل آن.
- ۱۷۱،۹. ویال با مهر و موم سیپتومی، ظرفیت حداقل ۲۰ میلی‌لیتر (خطی) یا ۵۰ میلی‌لیتر (چرخش) یا معادل.
- ۱۷۱،۱۰. سرنگ، ۱ میلی‌لیتر و ۵ میلی‌لیتر یا معادل آن برای انتقال حلال آلی.
- ۱۷۱،۱۱. ویال نمونه‌گیری خودکار کروماتوگرافی گازی، ۲ میلی‌لیتر یا معادل آن
- ۱۷۱،۱۲. کروماتوگرافی گازی آشکارساز طیف‌سنج جرمی.
- ۱۷۱،۱۳. ستون کروماتوگرافی گازی قادر به جداسازی مجزای بنزن، ۱،۳-بوتادین و قله‌های بنزن نشان‌دار ایزوتوپی از سایر اجزای انتشار سیگار، به عنوان مثال، InertCap AQUATIC-2 ۶۰ متر ضربدر ۰.۲۵ میلی‌متر به‌صورت روزانه، $d=1.4$ میکرومتر توسط GL Sciences یا معادل آن.
- ۱۷۱،۱۴. ذرات کربوکسن ۵۷۲، اندازه مش ۴۵/۲۰.
- ۱۷۱،۱۵. ۶.۱۵ کارتریج سی‌ایکس-۵۷۲: یا کارتریج اس‌پی‌ای تهیه شده به‌صورت دستی پر از ۳۰۰ میلی‌گرم ذرات کربوکسن ۵۷۲ یا کارتریج سی‌ایکس-۵۷۲: از پیش بارگذاری شده که توسط سیگما آلدریج (Cat. No. 54294-U) تهیه شده است.
- ۱۷۱،۱۶. پد فیلتر فیبر شیشه‌ای همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ توضیح داده شده است [۲.۲]
- ۱۷۱،۱۷. راه‌اندازی تله دود شامل نگهدارنده‌های دستگاه سیگار است که به سی‌ایکس-۵۷۲ یا (با یا بدون کارتریج) متصل شده‌اند تا در مقابل پد فیلتر فیبر شیشه‌ای قرار گیرند. (شکل‌های ۱ تا ۵ را ببینید).
- توجه: کارتریج سی‌ایکس-۵۷۲ را در نگهدارنده رو به سمت باز به سمت سیگار قرار دهید. هنگامی که با انتهای باز در جهت مخالف قرار می‌گیرد، محتوای کارتریج را می‌توان در هنگام گرفتن پک‌ها به داخل دستگاه سیگار مکید. در صورت لزوم، طبق شکل ۶ می‌توان درپوش مخصوص را داخل کارتریج قرار داد.



شکل ۱-الف. دستگاه دود کننده بورگوالت تک ورودی



شکل ۱-ب. دستگاه دود کننده خطی بورگوالت

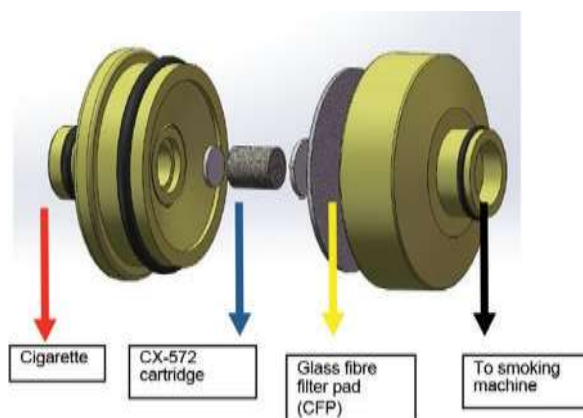
شکل ۲ الف و شکل ۲ ب نگهدارنده سیگار مناسب برای استفاده در ماشین های دود کش دوار تجاری (مانند دستگاه دود کننده سرولین و/یا بورگوالت) را نشان می دهد.



شکل ۲-الف. با ۵۷۲- سی ایکس ذرات مستقیماً روی نگهدارنده وزن می کنند



شکل ۲-ب. با کارتریج بارگذاری شده ۵۷۲-سی ایکس که روی نگهدارنده قرار داده شده است

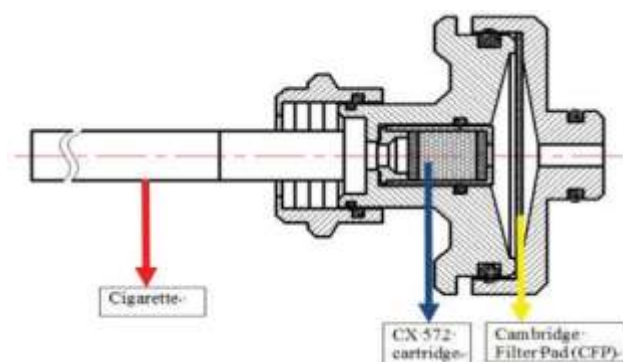


شکل ۳. برای دستگاه دود کننده خطی سروین (همچنین برای دستگاه دود کننده خطی بورگوالد قابل استفاده است)

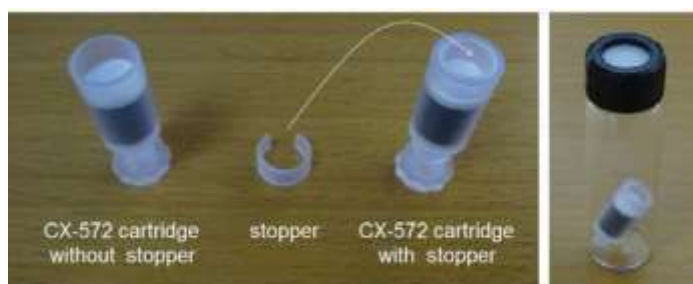
توجه: ۵۷۲-سی ایکس را می توان از قبل در این نگهدارنده بسته بندی کرد یا می توان از یک کارتریج تجاری ۵۷۲-سی ایکس استفاده کرد.



شکل ۴. برای دستگاه دود کننده خطی سروین (همچنین برای دستگاه دود کننده خطی بورگوالد یا روتاری سروین یا تک کانال قابل استفاده است)



شکل ۵. برای دستگاه دود کننده خطی سروین (همچنین برای دستگاه دود کننده خطی بورگوالت قابل استفاده است)



شکل ۶. درپوش‌هایی که باید در کارت‌تریج‌های ۵۷۲-سی ایکس قرار داده شوند تا از مکیده شدن مواد به داخل دستگاه سیگار جلوگیری شود.

توجه: مطمئن شوید که کارت‌تریج را مستقیماً پس از قرار دادن درپوش در یک ظرف دربسته (ویال) قرار دهید تا از آلودگی ۵۷۲-سی ایکس جلوگیری شود.

۱۷۲. معرف‌ها و لوازم

تمام معرف‌ها باید حداقل دارای درجه معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. هنگامی که معرف‌های احتمالی با شماره‌های ثبت خدمات انتزاعی شیمیایی (CAS) آنها شناسایی می‌شوند.

۱۷۲،۱. بنزن، با عیار تحلیلی. CAS شماره ۷۱-۴۳-۲

۱۷۲،۲. بنزن نشان‌دار شده با دوتریوم (بنزن دی ۶) خلوص ۹۹ درصد. CAS شماره ۱۰۷۶-۴۳-۳

۱۷۲،۳. محلول استاندارد ۱،۳-بوتادین (۲ میلی گرم/ میلی لیتر) {CAS شماره ۶۶-۹۹-۰} (AccuStandard, S-406A-10X)

۱۷۲،۴. دی سولفید کربن، با درجه تحلیلی. CAS شماره ۷۵-۱۵-۰

۱۷۲،۵. متانول، بی آب، با درجه تحلیلی. CAS شماره ۶۷-۵۶-۱

۱۷۲،۶. ذرات کربوکسن ۵۷۲، اندازه مش ۴۵/۲۰ (Sigma-Aldrich/Supelco Cat. No. 11072-U)

۱۷۳. تهیه ظروف شیشه‌ای

۱۷۳،۱. ظروف شیشه‌ای را تمیز و خشک کنید تا از رفع آلودگی باقی مانده‌ها اطمینان حاصل کنید.

۱۷۴. آماده‌سازی حلال‌ها

۱۷۴،۱. محلول استاندارد داخلی با برچسب ایزوتوپی (۵ میلی گرم / میلی لیتر بنزن دی ۶)

۱۷۴،۱،۱. مقدار ۵۰۰ میلی گرم بنزن دی ۶ را به‌طور دقیق در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری

اضافه کنید. ۸۰ میلی لیتر متانول. با متانول تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۱۷۴،۱،۲. برچسب بنزید و در دمای ۲۰- تا ۵± نگهداری کنید.

۱۷۴،۲. محلول استخراج: محلول‌های استخراج را می‌توان با دو گزینه زیر تهیه کرد:

۱۷۴،۲،۱. گزینه الف: دی‌سولفید کربن و متانول

۱۷۴،۲،۲. گزینه ب: محلول مخلوط دی‌سولفید کربن و متانول (۱:۴) حاوی محلول استاندارد

داخلی

مقدار ۲۰ میلی لیتر دی‌سولفید کربن و ۵۰۰ میکرولیتر یا ۲۵۰ میکرولیتر محلول استاندارد داخلی (۵ میلی گرم / میلی لیتر بنزن دی ۶) را به فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری اضافه کنید و با متانول رقیق کنید.

غلظت استاندارد داخلی بنزن دی ۶ به اندازه ۲۵ میکروگرم بر میلی لیتر برای خطی یا ۱۲/۵ میکروگرم بر میلی لیتر برای دوار است.

۱۷۴،۲،۳. محلول مخلوط دی‌سولفید کربن و متانول (۱:۴).

مقدار ۲۰ میلی لیتر دی‌سولفید کربن را به فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری اضافه کنید و با متانول رقیق کنید.

توجه: مقدار محلول استخراج تهیه شده را می‌توان براساس نیاز واکافت تنظیم کرد. موارد زیر فقط برای اهداف توضیحی است.

۱۷۵. آماده‌سازی استاندارد

توجه: با این شرط که محدوده استاندارد و غلظت استانداردهای داخلی ثابت بماند، می‌توان آن را بر این اساس تنظیم کرد.

۱۷۵،۱. VOCs (بنزن ۸۰ میکروگرم در میلی لیتر و ۱،۳- بوتادین ۲۰۰ میکروگرم در میلی لیتر) محلول‌های

موجودی ذخیره

۱،۱،۱۷۵. محلول استاندارد بنزن ۲۰ میکروگرم در میلی لیتر.

مقدار ۲۰۰ میلی گرم بنزن [۷.۱] را به طور دقیق در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری به همراه متانول اضافه کنید. با متانول تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۱،۲،۱۷۵. مقدار ۰.۸ میلی لیتر از محلول استاندارد بنزن [۱۰.۱] و ۲۰ میلی لیتر از محلول استاندارد ۱،۳-بوتادین [۷.۳] را در یک فلاسک حجمی ۲۰ میلی لیتری پیست کنید.

۱،۳،۱۷۵. پس از افزودن ۴ میلی لیتر CS₂ [۷.۴]، محلول تا حجم ۲۰ میلی لیتر با متانول [۷.۵] رقیق می شود.

۱،۴،۱۷۵. ۱) برچسب بزنید و در دمای 3 ± 4 درجه سانتی گراد در ویال های کهربایی نگهداری کنید.

۲،۱۷۵. محلول های استاندارد کاری مواد آلی فرار

۱،۲،۱۷۵. بسته به نوع دستگاه دود کننده مورد استفاده، حجم های متغیر محلول موجودی ذخیره [۱۰.۱] و مخلوط حلال [۹.۲.۳] را طبق جدول ۱ الف (خطی) یا ۱ ب (دوار) در ویال های نمونه گیری خودکار کروماتوگرافی گازی پیست کنید.

۲،۲،۱۷۵. استاندارد داخلی [۹.۱] دارای برچسب ایزوتوپی را مطابق جدول ۱ الف (خطی) یا ۱ ب (دوار) اضافه کنید و خوب مخلوط کنید.

۳،۲،۱۷۵. برچسب بزنید و در دمای 3 ± 4 درجه سانتی گراد نگهداری کنید.

غلظت بوتادین ۱،۳- (mg/L)	غلظت بنزن (mg/L)	اضافه شدن		حجم کل (mL)	موجودی ذخیره مواد	
		استاندارد داخلی (μl)	داخلی [۹.۱]		آلی فرار (mL)	استاندارد [۱۰.۱]
۰	۰	۱۰۰	۱۰۰	۵	۰	۱
۲۰	۸	۱۰۰	۱۰۰	۵	۰.۵	۲
۴۰	۱۶	۱۰۰	۱۰۰	۵	۱.۰۰	۳
۶۰	۲۴	۱۰۰	۱۰۰	۵	۱.۵۰	۴
۸۰	۳۲	۱۰۰	۱۰۰	۵	۲.۰۰	۵
۱۶۰	۶۴	۱۰۰	۱۰۰	۵	۴.۰۰	۶

جدول ۱-الف (گزینه الف). دستگاه دود کننده خطی: غلظت مواد آلی فرار در محلول های استاندارد

غلظت بوتادین ۱،۳- (mg/L)	غلظت بنزن (mg/L)	اضافه شدن		حجم کل (mL)	موجودی ذخیره مواد	
		استاندارد داخلی (μl)	داخلی [۹.۱]		آلی فرار (mL)	استاندارد [۱۰.۱]
۰	۰	۵۰	۵۰	۵	۰	۱
۱۰	۴	۵۰	۵۰	۵	۰.۲۵	۲
۲۰	۸	۵۰	۵۰	۵	۰.۵۰	۳
۳۰	۱۲	۵۰	۵۰	۵	۰.۷۵	۴
۴۰	۱۶	۵۰	۵۰	۵	۱.۰۰	۵
۸۰	۳۲	۵۰	۵۰	۵	۲.۰۰	۶

کاری. استاندارد داخلی به هر ۵ میلی لیتر محلول استاندارد اضافه می شود.

در محلول های استاندارد مواد آلی فرار جدول ۱-ب. (گزینه الف) دستگاه دود کننده دوار: غلظت کاری. استاندارد داخلی به هر ۵ میلی لیتر محلول استاندارد اضافه می شود.

جدول ۱-ج. (گزینه ب) دستگاه دود کننده خطی: غلظت مواد آلی فرار در محلول های استاندارد

غلظت حدودی ماده آلی فرار	غلظت حدودی ماده آلی	غلظت حدودی ماده آلی فرار	حجم کل	استاندارد داخلی (µl)	مواد آلی فرار موجودی ذخیره استاندارد
۱،۳-بوتادین (mg/L)	بنزن (mg/L)	(mL)	(mL)	[۹.۱]	[۱۰.۱] (mL)
۰	۰	۵	۲۰	۰.۰۰	۱
۲۰	۸	۵	۲۰	۰.۵۰	۲
۴۰	۱۶	۵	۲۰	۱.۰۰	۳
۶۰	۲۴	۵	۲۰	۱.۵۰	۴
۸۰	۳۲	۵	۲۰	۲.۰۰	۵
۱۶۰	۶۴	۵	۲۰	۴.۰۰	۶

کاری. استاندارد داخلی در هر محلول استاندارد ۵ میلی لیتری نقش دارد.

جدول ۱-د. (گزینه ب) دستگاه دود کننده خطی: غلظت مواد آلی فرار در محلول های استاندارد

کاری. استاندارد داخلی در هر محلول استاندارد ۵ میلی لیتری نقش دارد.

غلظت حدودی ماده آلی فرار	غلظت حدودی ماده آلی	غلظت حدودی ماده آلی فرار	حجم کل	استاندارد داخلی (µl)	مواد آلی فرار موجودی ذخیره استاندارد
۱،۳-بوتادین (mg/L)	بنزن (mg/L)	(mL)	(mL)	[۹.۱]	[۱۰.۱] (mL)
۰	۰	۵	۱۰	۰.۰۰	۱
۱۰	۴	۵	۱۰	۰.۲۵	۲
۲۰	۸	۵	۱۰	۰.۵۰	۳
۳۰	۱۲	۵	۱۰	۰.۷۵	۴
۴۰	۱۶	۵	۱۰	۱.۰۰	۵
۱۰۰	۴۰	۵	۱۰	۲.۵۰	۶

محدوده محلول های استاندارد کار ممکن است بسته به تجهیزات مورد استفاده و نمونه های مورد آزمایش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی روی حساسیت روش اعمال شده، تنظیم شود. تمام حلال ها و محلول ها باید قبل از استفاده در دمای اتاق تنظیم شوند.

۱۷۶. نمونه‌گیری

۱۷۶،۱. از سیگارها براساس ایزو ۸۲۴۳ [۲.۴] نمونه‌گیری کنید. رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده مطابق با رویه آزمایشگاهی منحصر بفرد یا در مواقعی که مقررات خاص یا در دسترس بودن نمونه‌ها لازم باشد، استفاده شود.

۱۷۶،۲. تشکیل نمونه آزمایشی

۱۷۶،۲،۱. نمونه آزمایشگاهی را در صورت وجود به واحدهای جداگانه (مانند بسته، ظرف نگه‌دارنده) تقسیم کنید.

۱۷۶،۲،۲. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل $n\sqrt{}$ [۲.۹] از واحدهای جداگانه (به عنوان مثال بسته، ظرف) بگیرید.

توجه: روش نمونه‌گیری اختیاری اعمال می‌شود. $n\sqrt{}$ یکی از روش‌هایی است که اغلب در عمل استفاده می‌شود و در بسیاری از موقعیت‌ها به خوبی کار می‌کند [۲.۹]

۱۷۷. آماده‌سازی سیگار

۱۷۷،۱. همه سیگارها را مطابق با ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] دود کنید.

۱۷۷،۲. سیگارها را مطابق با ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] و راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۶] در طول ته سیگار علامت‌گذاری کنید.

۱۷۷،۳. نمونه‌های آزمایشی را برای دودشدن در شرایط دودکردن شدید همان‌طور که در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۶] مشخص شده است، آماده کنید.

۱۷۸. آماده‌سازی ماشین دود کننده

۱۷۸،۱. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دودکردن در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۱۷۸،۲. مشخصات دستگاه دود کننده

۱۷۸،۳. از مشخصات دستگاه در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱]، به جز دودکردن شدید، همان‌طور که در راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت [۲.۶] توضیح داده شده است، پیروی کنید.

۱۷۸،۴. تله دود را همان طور که در بالا [۶.۱۷] توضیح داده شد آماده کنید تا مطابق شکل باشد. (شکل ۱ تا ۵).

۱۷۹. تولید نمونه

۱۷۹،۱. نمونه های آزمایش سیگار را همان طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] یا در راک ۰۱ تب لبت سازمان جهانی بهداشت مشخص شده است دود کنید و ترکیبات آلی فرار جریان اصلی دود سیگار را روی تله دود [۶.۱۷] حاوی کارتریج ۵۷۲-سی ایکس [۶.۱۵] و پد فیلتر فیبر شیشه ای جمع آوری کنید [۶.۱۶].

۱۷۹،۲. حداقل یک نمونه آزمایش مرجع برای استفاده برای کنترل کیفیت در صورت امکان قرار دهید.

۱۷۹،۳. تعداد سیگارهایی که باید در هر اندازه گیری برای دستگاه های دود کننده خطی و دوار در رژیم های دود کردن ایزو و شدید دود شوند در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲. تعداد سیگارهایی که باید برای یک اندازه گیری در ماشین های دود کننده خطی و دوار

دود شوند.	رژیم دود کردن شدید		رژیم دود کردن ایزو	
	دوار	خطی	دوار	خطی
تعداد سیگارها به ازای تله دود	۱	۱	۱	۱
تعداد تله دود به ازای نتیجه	۳	۳	۳	۳

برای برنامه دود کردن مناسب به پیوست ۴ مراجعه کنید.

توجه: ۱ نخ سیگار را روی دستگاه دود کننده مشخص شده دود کنید به گونه ای که نشت (بریک ثرو) حاصل نشود و غلظت بنزن و ۱،۳- بوتادین در محدوده کالیبراسیون تهیه شده برای آنالیز قرار گیرد.

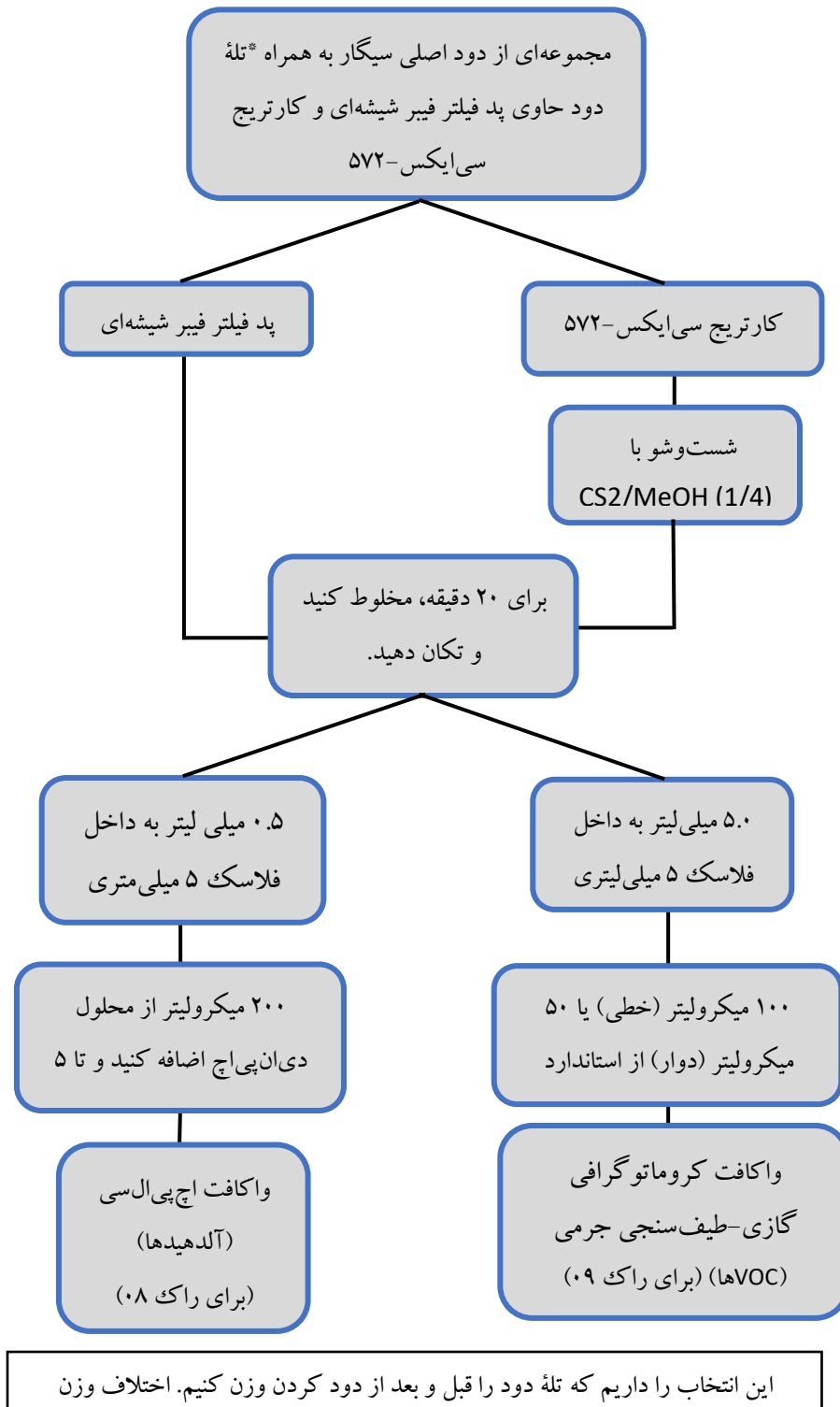
۱۷۹،۴. تعداد سیگار و کل پک ها را برای هر تله دود ثبت کنید.

۱۷۹،۵. پس از دود کردن تعداد مورد نیاز نمونه آزمایشی، یک پک پاک کننده انجام دهید و تله دود را از دستگاه دود کننده بردارید.

۱۷۹،۶. یک نتیجه، میانگین سه اندازه گیری است.

۱۷۹,۷. اندازه گیری خالی روی ۱۰ پک حداقل یک بار در روز قبل از دود کردن نمونه سیگار انجام می شود.

۱۷۹,۸.



شکل ۷: مروری بر روش تحلیلی برای تعیین همزمان آلدهیدها (راک ۰۸) و مواد آلی فرار (راک ۰۹) در دود اصلی سیگار.

۱۸۰. آماده‌سازی نمونه

استخراج، دو گزینه وجود دارد:

به‌طور جداگانه CS₂ و به دنبال آن MeOH را اضافه کنید (گزینه الف)

یا از مخلوطی از محلول استخراج استفاده کنید (گزینه ب)

۱۸۰،۱. گزینه الف (۱۵.۱.۱ تا ۷.۱.۵)

۱۸۰،۱،۱. به اندازه ۲ میلی‌لیتر (برای خطی) یا ۴ میلی‌لیتر (برای دوار) دی‌سولفید کربن [۷.۴] را به ویال

یا فلاسک [۶.۹] اضافه کنید. به آرامی ۸ میلی‌لیتر (برای خطی) یا ۱۶ میلی‌لیتر (برای چرخش) متانول

اضافه کنید. این دو محلول را با هم مخلوط نکنید. ۵۷۲-سی‌ایکس به سرعت به محلول دو فاز اضافه می‌شود.

۱۸۰،۱،۲. پس از این که حباب زدن متوقف شد، آن را به آرامی بچرخانید و پد فیلتر الیاف شیشه‌ای را داخل ویال یا فلاسک قرار دهید.

۱۸۰،۱،۳. ویال یا فلاسک را ببندید.

۱۸۰،۱،۴. مخلوط را به آرامی روی یک شیکر دوار به مدت ۳۰ دقیقه با سرعت ۱۲۰ دور در دقیقه تکان دهید.

۱۸۰،۱،۵. اجازه دهید نمونه حداقل یک دقیقه بماند (یا تا زمانی که ذرات ته‌نشین شوند).

۱۸۰،۱،۶. به اندازه ۵ میلی‌لیتر از محلول رویی را به یک ویال منتقل کنید و ۱۰۰ میکرولیتر (برای خطی) یا ۵۰ میکرولیتر (برای دوار) محلول استاندارد داخلی [۹.۱] اضافه کنید.

۱۸۰،۱،۷. ۱ پس از مخلوط کردن، ۱ میلی‌لیتر از محلول شستشو را به ویال نمونه‌گیری خود کار ۱.۵ میلی‌لیتری [۶.۱۰] منتقل کنید و محلول را با کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی آنالیز کنید.

۱۸۰،۲. گزینه ب (۱۵.۲.۱ تا ۱۵.۲.۵)

۱۸۰،۲،۱. ۱۵.۲.۱ فوراً ذرات کریوکسن ۵۷۲ و پد فیلتر الیاف شیشه‌ای را به داخل ویال یا فلاسک [۶.۹] منتقل کنید.

۱۸۰،۲،۲. به آرامی ۱۰ میلی لیتر (برای خطی) ۲۰ میلی لیتر (برای دوار) مخلوط حلال [۹.۲.۲] را به ویال یا فلاسک اضافه کنید. بلافاصله ویال یا فلاسک را ببندید.

۱۸۰،۲،۳. مخلوط را به آرامی روی یک شیکر دوار به مدت ۳۰ دقیقه با ۱۲۰ دور یا دور در دقیقه تکان دهید.

۱۸۰،۲،۴. اجازه دهید نمونه حداقل یک دقیقه بماند (یا تا زمانی که ذرات ته‌نشین شوند).

۱۸۰،۲،۵. پس از مخلوط کردن، ۱ میلی لیتر از محلول شستشو را به یک ویال نمونه‌گیری خودکار ۱.۵ میلی لیتری [۶.۱۰] انتقال دهید و محلول را با کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی آنالیز کنید.

۱۸۱. تجزیه و تحلیل نمونه

این روش از کروماتوگراف گازی همراه با کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی برای کمی‌سازی بنزن و ۱.۳-بوتادین در دود اصلی سیگار استفاده می‌کند. آنالیت‌ها از تداخل بالقوه دیگر در ستون مورد استفاده جدا می‌شوند. مقایسه نسبت مساحت (منطقه آنالیت بومی/منطقه آنالیت نشان‌دار شده با ایزوتوپ) مجهولات با غلظت غلظت‌های استاندارد شناخته شده، غلظت آنالیت فردی را به دست می‌دهد.

۱۸۱،۱. کروماتوگرافی گازی و شرایط عملیاتی طیف‌سنج جرمی

۱۸۱،۱،۱. شرایط کروماتوگرافی گازی

جدول ۳. این بخش نمونه‌ای از تجهیزات کروماتوگرافی گازی و شرایط عملیاتی آن را نشان می‌دهد.

InertCap AQUATIC ۶۰۲-۰.۲۵ x میلی متر در روز، d=۱.۴ میکرومتر توسط GL ستون کروماتوگرافی گازی Sciences	
۲۴۰ درجه سانتی گراد (iontrap ۲۰۰ درجه سانتی گراد)	دمای انژکتور
جریان ثابت	حالت
۱.۰ میلی لیتر در دقیقه (iontrap ۱.۰ میلی لیتر در دقیقه)	سرعت جریان
۱ میکرولیتر یا ۲ میکرولیتر با نسبت ۱:۱۰ (تله یونی ۱:۵ بعد از ۱.۵ دقیقه ۱:۱۲۰)	تزریق

۴۰ درجه سانتی گراد به مدت ۶ دقیقه ۶ درجه سانتی گراد در دقیقه تا ۲۵۰ درجه سانتی گراد

۴۵ دقیقه زمان کل اجرا

۱۸۰ درجه سانتی گراد (iontrap ۲۰۰ درجه سانتی گراد) دمای رابط/خط انتقال

• برای شرایطی که در اینجا توضیح داده شد، توالی مورد انتظار شستشو ۱.۳- بوتادین، دی سولفید کربن، بنزن-دی ۶ و بنزن خواهد بود.

• انتظار می رود که تفاوت هایی مانند سرعت جریان، غلظت فاز متحرک، سن ستون، زمان ماند را تغییر دهد.

• قبل از شروع تجزیه و تحلیل، ترتیب شستشو و زمان ماند باید بررسی شود.

• با استفاده از شرایط فوق، کل زمان تحلیل مورد انتظار حدود ۶۰ دقیقه خواهد بود.

توجه: بسته به شرایط ابزار و ستون و همچنین وضوح قله های کروماتوگرافی، ممکن است نیاز به تنظیم پارامترهای عملیاتی باشد.

۱، ۲، ۱۸۱. شرایط طیف سنج جرمی و شناسایی قله

جدول ۴. دریافت سیگنال های m/z در حالت اسکن کامل انجام می شود:

۲۰۰ درجه سانتی گراد (تله یونی ۱۸۰ درجه سانتی گراد)	منبع یون
۵۰ میلی ثانیه	زمان ماندن
یونیزاسیون الکترون (ولتاژ یونیزان در ۷۰ eV)	حالت یونیزاسیون
اسکن کامل m/z ۳۰-۳۰۰	تشخیص
m/z ۷۸ بنزن	
m/z ۸۴ - d۶: بنزن	قله یونی برای شناسایی بنزن
۳، ۱ بوتادین: m/z ۵۴	
۱، ۲، ۱۸۱. تعیین مواد آلی فرار	

۱۸۱،۲،۱. سیستم را درست قبل از استفاده با تزریق دو مقدار ۱ میکرولیتر یا ۲ میکرولیتر از محلول نمونه به عنوان پرایمر، قرار دهید.

۱۸۱،۲،۲. یک استاندارد چک (بلا تک با استاندارد داخلی) تحت شرایط مشابه نمونه‌ها برای تأیید عملکرد سیستم کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی تزریق کنید.

۱۸۱،۲،۳. برای بررسی هرگونه آلودگی در سیستم یا محلول استخراج یا معرف‌ها، یک بلا تک (محلول استخراج) تزریق کنید.

۱۸۱،۲،۴. مقدار کمی از هر محلول استاندارد کاری را به کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی تزریق کنید.

۱۸۱،۲،۵. زمان ماند و نسبت پاسخ نسبی (بر اساس شمارش مساحت) برای استانداردهای برچسب زده شده را ارزیابی کنید. اگر زمان‌های ماند مشابه (± 0.2 دقیقه) با زمان‌های ماند و نسبت پاسخ نسبی در ± 20 درصد پاسخ‌های معمولی از اجراهای قبلی باشد، سیستم آماده انجام تجزیه و تحلیل است.

۱۸۱،۲،۶. استانداردهای کالیبراسیون، کنترل کیفیت‌ها (QCs) و نمونه‌ها را تزریق کنید و مناطق قله و نسبت پاسخ نسبی را با استفاده از نرم‌افزار ابزار تعیین کنید.

۱۸۱،۲،۷. نواحی قله بنزن، ۱.۳- بوتادین و بنزن-دی ۶ را ثبت کنید.

۱۸۱،۲،۸. نسبت پیک بنزن به پیک استاندارد داخلی ($RF = A_{Benzene}/A_{Benzene-d6}$) را برای هر یک از محلول‌های استاندارد بنزن و ۱.۳- بوتادین از جمله قسمت‌های خالی استاندارد محاسبه کنید.

۱۸۱،۲،۹. نمودار غلظت بنزن اضافه شده (محور X) را مطابق با نسبت‌های مساحت (محور Y) رسم کنید.

۱۸۱،۲،۱۰. عرض از مبدا نباید از نظر آماری تفاوت معنی داری با صفر داشته باشد.

۱۸۱،۲،۱۱. خطی بودن منحنی استاندارد باید در کل محدوده استاندارد گسترش یابد.

۱۸۱،۲،۱۲. رگرسیون خطی ($Y = a + bx$) را از این داده‌ها محاسبه کنید و از شیب (b) و مقطع (a) رگرسیون خطی استفاده کنید.

اگر رگرسیون خطی R^2 کمتر از ۰.۹۹ باشد، کالیبراسیون باید تکرار شود. اگر هر نقطه از کالیبراسیون بیش از ۱۰ درصد با مقدار مورد انتظار (تخمین زده شده توسط رگرسیون خطی) متفاوت باشد، این نقطه باید حذف شود.

۱۸۱،۲،۱۳. کنترل کیفیت‌ها و نمونه‌ها را تزریق کنید و نواحی قله را با استفاده از نرم افزار ابزار تعیین کنید.

۱۸۱،۲،۱۴. فاکتورهای پاسخ نسبی (نسبت سطح قله) به دست آمده برای تمام بخش‌های آزمایش باید در محدوده کاری منحنی کالیبراسیون قرار گیرند.

توجه: برای کروماتوگرام‌های نماینده به پیوست ۱ مراجعه کنید.

۱۸۲. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

شیب و فاصله از پاسخ‌های نسبی آنالیت و استاندارد برچسب گذاری شده در مقابل غلظت نسبی آنالیت و استاندارد برچسب گذاری شده تعیین می‌شود.

۱۸۲،۱. محاسبه نسبت پاسخ نسبی از مناطق قله برای هر یک از مواد آلی فرار برای هر یک از استانداردهای کالیبراسیون [۱۰.۲.۳]

$$RF = \frac{A_a}{A_{IS}}$$

که در آن:

RF = نسبت پاسخ نسبی

A_a = مساحت آنالیت هدف

A_{IS} = مساحت استاندارد داخلی مربوطه.

نموداری برای هر یک از مواد آلی فرار، ضریب پاسخ نسبی رسم کنید.

A_a / A_{IS} (محور Y) در مقابل غلظت (محور X) رگرسیون خطی را محاسبه کنید

معادله ($RF = kX + m$) از این داده‌ها، و از شیب (k) و برش (m) رگرسیون خطی استفاده کنید.

۱۸۲،۲. خطی بودن منحنی استاندارد باید کل محدوده استاندارد را پوشش دهد.

۱۸۲،۳. محتوای MVOCهای یک ماده آلی فرار معین از آنالیت هدف (سیگار/ میکروگرم) از نسبت پاسخ

نسبی محاسبه شده برای بخش آزمایش، شیب و برش به دست آمده از منحنی کالیبراسیون مناسب و معادله تعیین می‌شود:

$$MVOCs = \frac{RF - m}{k} \times \frac{V}{N}$$

که در آن:

$MVOCs$ = محتوای محاسبه شده، بر حسب میکروگرم/سیگار

V = حجم محلول استخراج (۱۰ میلی لیتر یا ۲۰ میلی لیتر)

N = تعداد سیگار دود شده روی هر کارتریج.

RF = نسبت پاسخ نسبی

m = برش محور Y منحنی کالیبراسیون

k = شیب منحنی کالیبراسیون

در صورت امکان می توان از روش های محاسبه جایگزین استفاده کرد.

۱۸۳. اقدامات احتیاطی خاص

پس از نصب ستون جدید، با تزریق عصاره نمونه تنباکو در شرایط ابزار مشخص شده، آن را مطابق با دستورالعمل تعیین شده توسط سازنده آماده کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا ارتفاعات) هر یک از مواد آلی فرار و استانداردهای داخلی قابل تکرار باشد.

۱۸۴. گزارش داده ها

۱، ۱۸۴. همه اندازه گیری ها را برای هر یک از نمونه های ارزیابی شده گزارش کنید.

۲، ۱۸۴. نتایج را طبق مشخصات روش گزارش کنید.

۳، ۱۸۴. برای اطلاعات بیشتر، روش انجام کار ۰۲ تب لنت سازمان جهانی بهداشت را ببینید.

۱۸۵. کنترل کیفیت

۱، ۱۸۵. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه گیری های کنترلی خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: سایر روش‌های تضمین کیفیت آزمایشگاه باید با رعایت سیاست‌های هر آزمایشگاه انجام شود.

۱۸۵,۲. معرف آزمایشگاهی بلانک

برای تشخیص آلودگی بالقوه در طول آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک معرف آزمایشگاهی بلانک، همان‌طور که در [۱۶,۲,۳] توضیح داده شد، اضافه کنید. قسمت بلانک شامل تمام معرف‌ها و مواد مورد استفاده در تجزیه و تحلیل نمونه‌های آزمایشی، از جمله استخراج سی‌ایکس-۵۷۲ و پد فیلتر الیاف شیشه‌ای است و مانند یک نمونه آزمایشی آنالیز می‌شود.

ارزیابی بلانک باید کمتر از حد تشخیص باشد.

۱۸۵,۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع را مطابق با رویه‌های هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل کنید.

۱۸۵,۴. تضمین کیفیت بیشتر

نمونه‌های اضافی کنترل کیفیت ممکن است مطابق با خط مشی آزمایشگاهی اضافه شوند.

۱۸۶. روش مشخصات عملکرد

۱۸۶,۱. حد گزارش‌دهی

حد گزارش بر روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم می‌شود که مجدداً به سیگار/ng محاسبه می‌شود (۰.۰۵ میکرومول بر میلی‌لیتر به عنوان کمترین محلول کالیبراسیون).

۱۸۶,۲. بازیابی ماتریس تقویت شده آزمایشگاهی

بازیابی آنالیت وارد شده به ماتریس به عنوان یک اندازه‌گیری جایگزین برای دقت استفاده می‌شود. بازیابی با افزایش مقادیر شناخته شده استاندارد (پس از دود کردن) و استخراج با همان روشی که برای نمونه‌ها استفاده می‌شود تعیین می‌شود. نمونه‌های بدون علامت نیز تجزیه و تحلیل می‌شوند. بازیابی از فرمول زیر و مطابق جدول ۵ در زیر محاسبه می‌شود:

بازیابی (%) = $100 \times (\text{نتیجه تجزیه} - \text{نتیجه اسپایک نشده}) / \text{مقدار اسپایک شده}$

جدول ۵. میانگین و بازیابی بر روی ماتریس (که پس از تکمیل اعتبارسنجی اضافه می شود)

۱،۳- بوتادین			بنزن		
بازیابی (درصد)	میانگین (میلی گرم)	مقدار افزایش یافته (میکرو گرم)	بازیابی (درصد)	میانگین (میلی گرم)	مقدار افزایش یافته (میکرو گرم)
۹۴.۰	۹.۴	۱۰	۱۰۸.۹	۱۸.۴	۱۹.۹
۹۳.۰	۱۸.۶	۲۰	۱۰۹.۵	۳۷.۰	۳۳.۸
۱۰۴.۸	۴۱.۹	۴۰	۱۱۱.۲	۷۵.۲	۶۷.۶

۱۸۶،۳. ویژگی تحلیلی

کروماتوگرافی گازی-طیف سنجی جرمی یک ویژگی تحلیلی عالی ارائه می دهد. زمان ماند، نسبت یون تأیید، محدوده مشخصی از نسبت های پاسخ یون کمی به یون تأیید و نمونه های کنترل کیفیت برای تأیید ویژگی نتایج برای یک نمونه ناشناخته استفاده می شود.

۱۸۶،۴. خطی بودن

منحنی های کالیبراسیون مواد آلی فرار ایجاد شده در محدوده غلظت استاندارد ۰.۵ تا ۲۰۰ نانوگرم در میلی لیتر خطی هستند.

۱۸۶،۵. تداخل احتمالی

در زمان اعتبارسنجی، هیچ مؤلفه شناخته شده ای وجود نداشت که به دلیل زمان های نگهداشت مشابه پروپیلن گلیکول، تری اتیلن گلیکول، گلیسرول یا استاندارد داخلی (۱،۳-بوتاندیول) تداخل ایجاد کند.

۱۸۷. تکثیرپذیری و تکرارپذیری

یک مطالعه مشترک بین المللی که از سال های ۲۰۱۵ تا ۲۰۱۷ و شامل ۱۰ آزمایشگاه و پنج نمونه (سه سیگار مرجع و دو برند تجاری) مطابق با راک شماره ۲ (تبلنت سازمان جهانی بهداشت) (۲.۷) انجام شد، محدودیت های دقت زیر را برای این روش ارائه کرد.

تفاوت نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های سیگار مچ شده که توسط دو کارور و تجهیزات یکسان در کوتاه‌ترین فاصله‌های زمانی ممکن گزارش شد، بیش از تکرارپذیری، ۲—به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه‌های تنباکوی مچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R—به‌طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش—متفاوت هستند.

نتایج آزمون مطابق با ایزو ۱-۵۷۲۵ [۲.۱۰] و ایزو ۲-۵۷۲۵ [۲.۵] تجزیه و تحلیل آماری شد و داده‌های دقت در جدول ۶-۷ نشان داده شده است.

برای محاسبه ۲ و R، یک نتیجه آزمایش تحت شرایط دود کردن ایزو به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده سه محفظه دود جمع کن (یک نخ سیگار دود شده در هر محفظه دود جمع کن) از ماشین‌های دود کردن خطی و سه محفظه دود جمع کن برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف شد. در شرایط دود کردن شدید، یک نتیجه آزمایش به عنوان میانگین هفت تکرار منفرد از میانگین بازده سه محفظه دود جمع کن از ماشین‌های دود کردن خطی و سه محفظه دود جمع کن برای ماشین‌های دود کردن دوار تعریف شد. برای اطلاعات بیشتر، به مرجع [۲.۶] مراجعه کنید.

جدول ۶ الف و ۶ ب. حد دقت برای تعیین ۱،۳-بوتادین (سیگار / μg) در جریان اصلی دود سیگار نسبت به مواد مرجع مورد آزمایش.

بوتادین: رژیم دود کردن ایزو، سیگار / μg				سیگارهای مرجع
R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	
۴/۲۷	۱/۹۶	۱۱/۰۶	۸	1R5F
۱۶/۳۴	۷/۲۰	۳۹/۲۳	۹	3R4F
۲/۱۸	۱/۷۴	۶۰/۸۶	۶	CM6
۴۲/۷۹	۸/۰۳	۷۲/۷۱	۸	سیگار برند تجاری ۱
۱۶/۸۰	۹/۹۷	۶۱/۵۸	۸	سیگار برند تجاری ۲

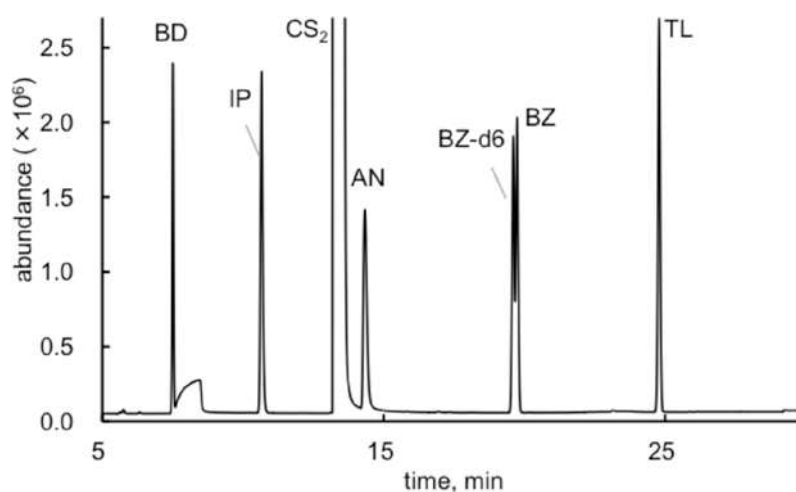
بوتادین: رژیم دود کردن شدید، سیگار / μg				سیگارهای مرجع
R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	
۸/۶۳	۸/۱۱	۸۲/۲۶	۷	1R5F
۱۳/۱۸	۱۱/۵۱	۹۲/۲۲	۸	3R4F
۱۲/۶۷	۱۲/۵۹	۱۰۶/۲۰	۷	CM6
۷۰/۰۴	۱۷/۲۰	۱۵۳/۹۶	۸	سیگار برند تجاری ۱
۱۴/۵۵	۱۱/۰۰	۱۴۱/۵۲	۶	سیگار برند تجاری ۲

جدول ۲ الف و ۲ ب حد دقت برای تعیین بنزن (سیگار / μg) در جریان اصلی دود سیگار نسبت به مواد مرجع مورد آزمایش.

بنزن: رژیم دود کردن ایزو، سیگار / μg				سیگارهای مرجع
R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	
۶/۴۶	۲/۵۴	۱۳/۴۷	۹	1R5F
۱۰/۱۵	۶/۹۵	۴۴/۵۰	۹	3R4F
۱۱/۴۰	۵/۹۴	۷۲/۸۶	۸	CM6
۱۵/۱۸	۶/۵۴	۵۸/۷۸	۹	سیگار برند تجاری ۱
۱۵/۳۷	۸/۸۳	۴۹/۹۴	۹	سیگار برند تجاری ۲

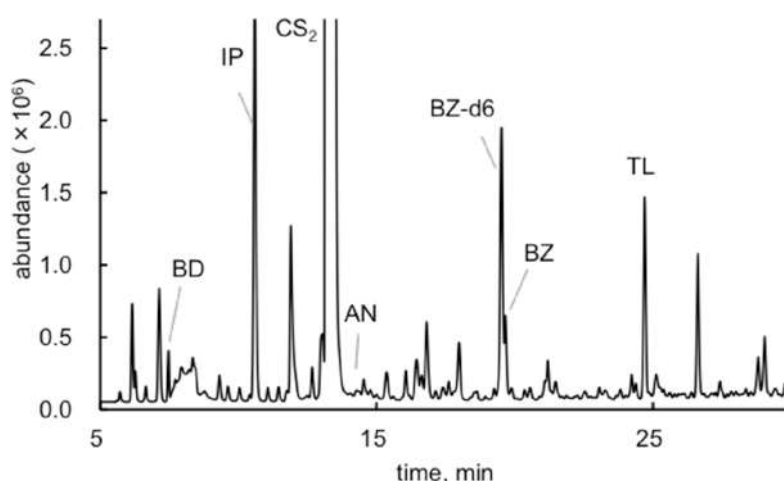
بنزن: رژیم دود کردن شدید، سیگار / μg				سیگارهای مرجع
R _{limit}	r _{limit}	m _{cig}	N	
۱۶/۶۸	۸/۱۷	۸۵/۵۹	۸	1R5F
۴۰/۹۲	۸/۴۹	۹۵/۹۵	۹	3R4F
۲۳/۵۲	۶/۹۳	۱۰۸/۳۵	۸	CM6
۴۸/۷۶	۷/۲۱	۱۲۲/۰۰	۸	سیگار برند تجاری ۱
۳۶/۳۲	۶/۶۰	۱۱۱/۷۷	۸	سیگار برند تجاری ۲

پیوست ۱. کروماتوگرام‌های معمول به دست آمده در تعیین مواد آلی فرار در جریان اصلی دود سیگار.



نمودار ۱ الف: کروماتوگرام استاندارد ۲

کروماتوگرام یون کل یک محلول استاندارد مخلوط. BD ۱، ۳ بوتادین؛ BZ d6، بنزن BZ-d6، بنزن



شکل الف ۲ کروماتوگرام نشان دهنده مواد آلی فرار در جریان اصلی دود سیگار سیگار^۸

کروماتوگرام یون کل یک محلول نمونه. BD ۱، ۳ بوتیدین؛ BZ-d6 بنزن BZ-d6، بنزن

^۸ برگرفته از یک مطالعه مشترک بین‌المللی انجام شده در سال ۲۰۱۲ و ارائه شده توسط مؤسسه ملی بهداشت عمومی ژاپن به همراه مراکز کنترل و پیشگیری از بیماری‌ها در چین. صرفاً جهت اطلاع

پیوست ۲. برنامه دود کردن

طرح‌های دود کردن سیگار توصیف شده براساس پنج نمونه مختلف (مارک/نوع سیگار) و هفت تکرار در هر نمونه است. اگر تعداد متفاوتی از نمونه‌ها یا تکرار مورد نیاز است، پلان‌ها باید بر این اساس تنظیم شوند.

طرح دود کردن سیگار برای دستگاه دود کردن سیگار خطی با ۲۰ درگاه (یک نخ سیگار در هر کارت‌تریج)

Day	Port number																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	A				B				C				D				E			
		A				B				C				D				E		
			A				B				C				D				E	
2		D				E				A				B				C		
			D				E				A				B				C	
				D				E				A				B				C
3	B				C		C				D				E				A	
			B					C				D				E				A
				B					D				E				A			
4	E				A				B				C				D			
		E				A				B				C				D		
				E				A				B				C				D
5	C				D				E				A				B			
		C				D				E				A				B		
			C				D				E				A				B	
6				D				C				B				A				E
		D			C				B				A				E			
			D			C				B				A				E		
7			C				B				A				E				D	
		C				B				A				E					D	
				C				B				A				E				D

طرح دود کردن سیگار برای دستگاه دود کردن دوار (یک نخ سیگار در هر کارت‌تریج)

Day	Run	Sample	Day	Run	Sample	Day	Run	Sample	Day	Run	Sample
-----	-----	--------	-----	-----	--------	-----	-----	--------	-----	-----	--------

شماره: راک ۱۰

تاریخ: ۲۱ سپتامبر ۲۰۱۶



شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت

روش انجام کار برای تعیین نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان اصلی دود سیگار در شرایط دود
کردن شدید

روش:	تعیین نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان اصلی دود سیگار در شرایط دود کردن شدید
آنالیت‌ها:	نیکوتین (۵-۱۱-۵۴ CAS#) مونوکسید کربن (۰-۰۸-۶۳۰ CAS#)
ماتریس:	جریان اصلی دود سیگار
آخرین به‌روزرسانی:	۲۱ سپتامبر ۲۰۱۶

روش انجام کاربرای تعیین نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان اصلی دود سیگار در شرایط دود کردن شدید راک ۱۰

ISBN 978 92 4 151181 0

سازمان جهانی بهداشت ۲۰۱۶

برخی از حقوق محفوظ است. این اثر تحت مجوز «خلاقیت‌های مشاع با شروط ذکر منبع، غیرتجاری و قابل اشتراک‌گذاری اثرهای جدید ناشی از آن» در دسترس است. «مجوز

«(CC BY-NC-SA 3.0 IGO; <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/3.0/igo>)

طبق شرایط این مجوز، می‌توانید اثر را برای مقاصد غیرتجاری کپی، مجدداً توزیع و تطبیق دهید، مشروط بر اینکه اثر به‌طور مناسب، همان‌طور که در زیر نشان داده شده است، ذکر شده باشد. در هرگونه استفاده از این کار، نباید پیشنهادی مبنی بر اینکه سازمان جهانی بهداشت، محصولات یا خدمات خاصی را تأیید می‌کند وجود داشته باشد. استفاده از لوگوی سازمان جهانی بهداشت مجاز نیست. اگر کار را الگوبرداری کردید، پس باید کار خود را تحت همان مجوز «خلاقیت‌های مشاع» یا معادل آن ارائه دهید. اگر ترجمه‌ای از این اثر ایجاد می‌کنید، باید سلب مسئولیت زیر را به همراه نقل قول پیشنهادی اضافه کنید: «این ترجمه توسط سازمان جهانی بهداشت ایجاد نشده است. سازمان جهانی بهداشت مسئولیتی در قبال محتوا یا صحت این ترجمه ندارد. نسخه اصلی انگلیسی باید نسخه لازم‌الاجرا (تألیف شده) و معتبر باشد.

هرگونه مداخله مربوط به اختلافات ناشی از مجوز باید مطابق با قوانین مداخله سازمان جهانی مالکیت فکری انجام شود
نقل قول پیشنهادی. اقدام عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو،
روش رسمی تبلبنت سازمان جهانی بهداشت راک ۱۰. ژنو: سازمان جهانی بهداشت، ۲۰۱۶. مجوز: CC BY-NC-SA
3.0 IGO

اطلاعات فهرست‌نویسی در انتشارات (سی‌آی‌پی): در <http://apps.who.int/iris> در دسترس است.

فروش، حقوق و صدور مجوز. برای خرید انتشارات سازمان جهانی بهداشت، به <http://apps.who.int/bookorders> مراجعه کنید.

برای ارسال درخواست‌ها برای استفاده تجاری و سوالات مربوط به حقوق و مجوز، به <http://www.who.int/about> / licensing مراجعه کنید.

اطلاعات شخص ثالث. اگر می‌خواهید از مطالب این اثر که به شخص ثالث نسبت داده می‌شود، مانند جداول، شکل‌ها یا تصاویر، مجدداً استفاده کنید، این مسئولیت شماست که تعیین کنید آیا برای آن استفاده مجدد به مجوز نیاز است یا خیر و

از دارنده حق نسخه برداری اجازه بگیرید. خطر ادعاهای ناشی از نقض هر جزء متعلق به شخص ثالث در کار صرفاً بر عهده کاربر است.

سلب مسئولیت عمومی. نام گذاری های به کار رفته و ارائه مطالب در این نشریه به معنای ابراز نظر سازمان جهانی بهداشت در مورد وضعیت قانونی هر کشور، قلمرو، شهر یا منطقه یا مراجع آن، یا در مورد تحدید حدود آن نیست. حد و حدود یا مرزها خطوط نقطه چین و پراکنده بودن بر روی نقشه ها خطوط مرزی تقریبی را نشان می دهد که ممکن است هنوز توافق کاملی برای آنها وجود نداشته باشد.

ذکر شرکت های خاص یا محصولات تولید کنندگان خاص به این معنی نیست که آنها توسط سازمان جهانی بهداشت در اولویت با سایر محصولات مشابه که ذکر نشده اند تأیید یا توصیه می شوند. به استثنای اشتباهات و حذفیات، نام محصولات اختصاصی با حروف بزرگ اولیه مشخص می شود.

همه اقدامات احتیاطی منطقی توسط سازمان جهانی بهداشت برای تأیید اطلاعات موجود در این نشریه انجام شده است. با این حال، مطالب منتشر شده بدون هیچ گونه ضمانتی، اعم از صریح یا ضمنی، توزیع می شود. مسئولیت تفسیر و استفاده از مطالب بر عهده خواننده است. سازمان جهانی بهداشت به هیچ وجه مسئول خسارات ناشی از استفاده از آن نخواهد بود.

چاپ شده در سوئیس.

شماره: راک ۱۰

تاریخ: ۲۱ سپتامبر ۲۰۱۶

هیچ رژیم دستگاه دود کننده نمی تواند همه رفتارهای سیگار کشیدن انسان را نشان دهد: سنجش دستگاه دود کننده برای مشخص کردن مواد منتشره سیگار برای اهداف طراحی و نظارتی مفید است، اما ارتباط اندازه گیری های ماشینی به سیگاری ها می تواند منجر به سوء تفاهم در مورد تفاوت بین علامت تجاری در مواجهه و خطر شود. داده های مربوط به مواد منتشره دود از اندازه گیری های ماشینی ممکن است به عنوان ورودی برای ارزیابی خطر محصول استفاده شود، اما آنها نه به عنوان معیارهای در معرض خطرات قرار گرفتن انسان معتبر هستند و نه چنین قصد استفاده ای از آنها وجود دارد. نشان دادن تفاوت ها در اندازه گیری های ماشین به عنوان تفاوت در مواجهه یا خطر، استفاده نادرست از سنجش با استانداردهای (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت است.

شماره: راک ۱۰

تاریخ: ۲۱ سپتامبر ۲۰۱۶

پیشگفتار

این سند توسط اعضای شبکه آزمایشگاهی دخانیات (تبلنت) سازمان جهانی بهداشت (دابلواچ او) به عنوان یک روش انجام کار (راک) برای اندازه گیری نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان اصلی دود سیگار در شرایط دود کردن شدید تهیه شده است.

مقدمه

به منظور ایجاد اندازه گیری های قابل مقایسه برای سنجش محصولات تنباکو در سطح جهانی، روش های اجماع برای اندازه گیری محتویات و مواد منتشره خاص سیگار مورد نیاز است. «کنفرانس اعضا» (کاپ) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات (دابلواچ او اف سی تی سی) در سومین نشست خود در دوربان، آفریقای جنوبی، در نوامبر ۲۰۰۸، با یادآوری تصمیمات FCTC/COP1(15) و FCTC/COP2(14) در مورد تدوین دستورالعمل اجرای مواد ۹ (آئین نامه محتویات فرآورده های دخانی) و ۱۰ (آئین نامه افشای محصولات دخانی) کنوانسیون چارچوب سازمان جهانی بهداشت در مورد کنترل دخانیات با توجه به اطلاعات مندرج در گزارش کارگروه به جلسه سوم کنفرانس اعضا در مورد پیشرفت کار خود... از دبیرخانه کنوانسیون درخواست کرد تا از ابتکار عاری از تنباکو سازمان جهانی بهداشت دعوت کند تا در طی پنج سال روش های شیمیایی تحلیلی برای سنجش و اندازه گیری محتویات و مواد منتشره سیگار را تأیید کند (FCTC/COP/3/REC/1).

کارگروه مواد ۹ و ۱۰ در سومین نشست خود در اتاوا، کانادا، در اکتبر ۲۰۰۶، با استفاده از معیارهای اولویت بندی تعیین شده محتویات زیر را شناسایی کرد که برای آنها روش های سنجش و اندازه گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

- نیکوتین
 - آمونیاک
 - مواد جاذب رطوبت (پروپان ۱،۲ دیول، گلیسرول (پروپان ۱،۲،۳ تریول) و تری اتیلن گلیکول (۲،۲ اتیلن دی اکسی بیس (اتانول))
- اندازه گیری این محتویات به اعتبارسنجی سه روش نیاز دارد: یکی برای نیکوتین، یکی برای آمونیاک و دیگری برای مواد جاذب رطوبت

با استفاده از معیارهای اولویت‌بندی تعیین شده در جلسه اتاوا که در بالا ذکر شد، کارگروه انتشارات زیر را در جریان اصلی دود سیگار شناسایی کرد که روش‌های سنجش و اندازه‌گیری (شیمی تجزیه) باید با اولویت اعتبارسنجی شوند:

• ۴۰ (متیل نیتروزامینو) ۱ (۳ پیریدیل) ۱ بوتانون (انان‌کی)

• نرمال - نیتروسونورنیکوتین (انان‌ان)

• استالدهید

• آکریل آلدهید (آکرولئین)

• بنزن

• بنزو [a] پیرن

• ۱،۳ بوتادین

• مونوکسید کربن

• فرمالدهید

اندازه‌گیری این مواد منتشره با دو رژیم دود کردن دخانیات شرح داده شده در زیر مستلزم اعتبارسنجی پنج روش است: یکی برای نیتروزامین‌های خاص تنباکو (انان‌کی و انان‌ان)، یکی برای بنزو [a] پیرن، یکی برای آلدهیدها (استالدهید، آکرولئین و فرمالدهید)، یکی برای ترکیبات آلی فرار (بنزن، ۱،۳ - بوتادین) و یکی برای مونوکسید کربن.

جدول زیر دو رژیم دود کردن دخانیات را برای اعتبارسنجی روش‌های سنجش ذکر شده در بالا نشان می‌دهد.

رژیم دود کردن	حجم پک (ml)	بسامد دود	دریچه‌های تهویه فیلتر
رژیم ایزو: ایزو ۳۳۰۸؛ تجزیه و تحلیل معمول دستگاه دود کننده - ۳۵ تعاریف و شرایط استاندارد	۳۵	هر ۶۰ ثانیه یکبار	بدون تغییر
رژیم شدید: مانند ایزو ۳۳۰۸، اما همان‌طور که نشان داده شده اصلاح ۵۵ شده است	۵۵	هر ۳۰ ثانیه یکبار	تمام دریچه‌های تهویه باید ۱۰۰٪ همان‌طور که در راک ۰۱ توضیح داده شده مسدود شوند.

این روش راک برای توصیف روش تعیین نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان اصلی دود سیگار در شرایط دود کردن شدید تهیه شد.

۱۸۸. محدوده

این روش انجام کار برای تعیین کمی نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان دود اصلی سیگار (MS) مناسب است. نیکوتین توسط کروماتوگرافی گازی و مونوکسید کربن توسط NDIR تجزیه و تحلیل خواهد شد.

توجه: آموزش استفاده از دستگاه دود کننده و سایر تجهیزات آزمایشگاهی برای عملکرد موفقیت آمیز مهم است. افرادی که در کار با ماشین های دود کننده یا واکافت کردن با استفاده از روش های تحلیلی برای اندازه گیری مواد منتشره و محتویات محصولات دخانی تجربه ندارند، باید آموزش ببینند.

۱۸۹. منابع

۱. ۱۸۹، ایزو ۳۳۰۸: دستگاه تحلیلی معمول دود کننده - تعاریف و شرایط استاندارد.
۲. ۱۸۹، ایزو ۴۳۸۷: سیگار - تعیین کل ذرات معلق و بدون نیکوتین با استفاده از دستگاه دود کننده تحلیلی معمولی.
۳. ۱۸۹، ایزو ۳۴۰۲: تنباکو و فرآورده های تنباکو - جوی برای آماده سازی و سنجش.
۴. ۱۸۹، ایزو ۱۰۳۱۵: سیگار - تعیین نیکوتین در میعانات دود - روش کروماتوگرافی گازی
۵. ۱۸۹، ایزو ۸۴۵۴: سیگار - تعیین مونوکسید کربن در فاز بخار دود سیگار - روش NDIR
۶. ۱۸۹، ایزو ۸۲۴۳: سیگار - نمونه گیری
۷. ۱۸۹، ایزو ۵۷۲۵-۱: صحت (راستی و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری - قسمت ۱: اصول و تعاریف کلی.
۸. ۱۸۹، ایزو ۵۷۲۵-۲: صحت (راستی و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری - بخش ۲: روش اساسی برای تعیین تکرارپذیری و تجدید پذیری یک روش اندازه گیری استاندارد.
۹. ۱۸۹، شبکه آزمایشگاهی تنباکو سازمان جهانی بهداشت، روش انجام کار برای دود کردن شدید (تبلنت سازمان جهانی سلامت راک ۰۱)
۱۰. ۱۸۹، شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی سلامت، روش انجام کار برای اعتبارسنجی روش های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات دخانی. تبلنت سازمان جهانی سلامت راک ۰۲).

۱۸۹,۱۱. دفتر مبارزه با مواد مخدر و جرم سازمان ملل متحد. دستورالعمل نمونه‌گیری دارویی نماینده وین:
بخش آزمایشگاهی و علمی. ۲۰۰۹

http://www.unodc.org/documents/scientific/Drug_Sampling.pdf

۱۸۹,۱۲. سازمان جهانی بهداشت. گزارش اعتبارسنجی روش رسمی تابلنت سازمان جهانی بهداشت:
تعیین قطران، نیکوتین و مونوکسید کربن در جریان دود اصلی سیگار در شرایط دود کردن شدید. ژنو،
شبکه آزمایشگاهی تنباکو، آماده ارائه دادن

۱۹۰. اصطلاحات و تعاریف

۱۹۰,۱. TPM: کل ذرات معلق.

۱۹۰,۲. تله دود: وسیله‌ای برای جمع‌آوری بخشی از دود از نمونه سیگار که برای تعیین اجزای دود
مشخص شده ضروری است.

۱۹۰,۳. فاز بخار: بخشی از دود که با استفاده از دستگاهی مطابق با ایزو ۳۳۰۸ از محفظه فاز ذرات در
هنگام دود کردن مطابق با ایزو ۴۳۸۷ عبور می‌کند.

۱۹۰,۴. پاک کردن آثار پک: آثار هر پکی که پس از خاموش شدن یا خارج کردن سیگار از جا سیگاری
گرفته شود.

۱۹۰,۵. فرآورده‌های تنباکو: محصولاتی که به طور کامل یا جزئی از توتون برگ به عنوان ماده خام ساخته
شده‌اند و برای کشیدن سیگار، مکیدن، جویدن یا دم کشیدن تولید می‌شوند (ماده ۱ FCTC WHO (f))

۱۹۰,۶. رژیم شدید: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۵۵
میلی لیتری، فاصله میان پک ۳۰ ثانیه و مسدود کردن ۱۰۰ درصد دریچه‌های تهویه فیلتر است.

۱۹۰,۷. رژیم ایزو: پارامترهای مورد استفاده برای دود کردن محصولات تنباکو که شامل حجم پک ۳۵
میلی لیتری، فاصله میان پک ۶۰ ثانیه و دریچه‌های تهویه فیلتر باز شده است.

۱۹۰,۸. نمونه آزمایشگاهی: نمونه در نظر گرفته شده برای سنجش در آزمایشگاه، متشکل از یک نوع
محصول است که در یک زمان یا در یک دوره مشخص به آزمایشگاه تحویل داده می‌شود.

۱۹۰,۹. نمونه مورد سنجش: محصول مورد سنجش که به صورت تصادفی از نمونه آزمایشگاهی گرفته
می‌شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه آزمایشگاهی باشد.

۱۹۰,۱۰. بخش مورد سنجش: نمونه تصادفی از نمونه سنجش که برای یک تعیین واحد استفاده می شود. تعداد محصولات گرفته شده باید معرف نمونه سنجش باشد.

۱۹۱. خلاصه روش اجرایی

- ۱۹۱,۱. همه نمونه ها براساس رویه های استاندارد ایزو شرطی و علامت گذاری می شوند.
- ۱۹۱,۲. دریچه های تهویه ۱۰۰ درصد مسدود است.
- ۱۹۱,۳. سیگارها طبق رویه های استاندارد ایزو به استثنای حجم پک و بسامد پک دود می شوند.
- ۱۹۱,۴. فاز بخار دود سیگار جمع آوری شده و مونوکسید کربن با استفاده از یک آنالیزگر مادون قرمز غیر پراکنده (NDIR) اندازه گیری می شود.
- ۱۹۱,۵. فاز ذرات دود سیگار برای تجزیه و تحلیل بیشتر روی یک تله جمع آوری می شود.
- ۱۹۱,۶. پس از استخراج از تله، محتوای نیکوتین با استفاده از کروماتوگرافی گازی واکافت می شود.

۱۹۲. اقدامات احتیاطی ایمنی و زیست محیطی

- ۱۹۲,۱. مانند هر فعالیت آزمایشگاهی شیمیایی دیگر، از احتیاطات ایمنی و محیطی معمول پیروی کنید.
- ۱۹۲,۲. سنجش و ارزیابی برخی محصولات با این روش سنجش ممکن است نیاز به استفاده از مواد یا تجهیزاتی داشته باشد که می تواند برای محیط زیست خطرناک یا مضر باشد. این سند قصد ندارد به تمام جنبه های ایمنی مرتبط با استفاده از آن پردازد. همه افرادی که از این روش استفاده می کنند، مسئولیت دارند که با مراجع مربوطه مشورت کنند و اقدامات بهداشتی و ایمنی و همچنین اقدامات احتیاطی زیست محیطی را همراه با هر گونه الزامات مقرراتی موجود مربوط قبل از استفاده از آن ایجاد کنند.
- ۱۹۲,۳. برای جلوگیری از تنفس یا مواجهه پوستی با مواد شیمیایی مضر باید مراقبت های ویژه صورت گیرد. هنگام تهیه یا کار با مواد رقیق نشده، محلول های استاندارد، محلول های استخراج یا نمونه های جمع آوری شده از یک هود شیمیایی و از روپوش آزمایشگاهی، دستکش و عینک ایمنی مناسب استفاده کنید.

۱۹۳. دستگاه ها و تجهیزات

تجهیزات معمول آزمایشگاهی، به ویژه:

۱۹۳، ۱. تجهیزات مورد نیاز برای حالت دادن به سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] مشخص شده است.

۱۹۳، ۲. تجهیزات مورد نیاز برای علامت‌گذاری طول ته سیگار همان‌طور که در ایزو ۴۶۸۷ [۲.۲] مشخص شده است.

۱۹۳، ۳. تجهیزات مورد نیاز برای پوشاندن دریچه‌های تهویه فیلتر برای رژیم شدید همان‌طور که در تابلنت سازمان جهانی بهداشت راک ۰۱ [۲.۱۰] مشخص شده است.

۱۹۳، ۴. تجهیزات مورد نیاز برای انجام دود کردن محصولات سیگار همان‌طور که در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۱۹۳، ۵. سامانه جمع‌آوری فاز بخار همان‌طور که در ایزو ۸۴۵۴ [۲.۵] مشخص شده است.

۱۹۳، ۶. تجهیزات مورد نیاز برای تعیین مونوکسید کربن همان‌طور که در ایزو ۴۸۵۴ [۲.۵] مشخص شده است.

۱۹۳، ۷. پد فیلتر کمبریج: پد فیلتر فیبر شیشه‌ای همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ توضیح داده شده است (قطر ۴۴ میلی‌متر برای ماشین‌های دود کننده خطی، قطر ۹۲ میلی‌متر برای ماشین‌های دود کردن دوار) [۲.۲].

۱۹۳، ۸. فلاسک‌های استخراج: فلاسک‌های ارلن مایر (۲۵۰ میلی‌لیتر) یا فلاسک‌های مخروطی (۱۰۰ میلی‌لیتر) با درپوش یا فلاسک‌های مناسب دیگر.

۱۹۳، ۹. تکان دهنده مچی یا دایره‌ای یا دستگاه معادل پیکربندی شده برای نگه داشتن فلاسک‌های استخراج در موقعیت.

۱۹۳، ۱۰. کروماتوگرافی گازی مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله (FID) برای تعیین نیکوتین.

۱۹۳، ۱۱. ستون کروماتوگرافی گازی قادر به جداسازی مشخص قله‌ها برای حلال، استاندارد داخلی، نیکوتین و اجزای تنباکو (مانند Varian WCOT Fused Silica، پوشش: CP-WAX 51, 25 m x 0.25 mm x 0.20 μm; DB-Wax, 30 m x 0.53 mm x 1 μm).

۱۹۳، ۱۲. آنالیزگر مادون قرمز غیرپراکنده (NDIR)، انتخابی و کالیبره شده برای اندازه‌گیری مونوکسید کربن در بخارات و گازها همان‌طور که در ایزو ۸۴۵۴ [۲.۵] مشخص شده است.

۱۹۳، ۱۳. فشارسنج، قادر به اندازه‌گیری فشار اتمسفر به نزدیکترین ۰.۱ کیلو پاسکال ± ۰.۱ کیلو پاسکال.

۱۴، ۱۹۳. دماسنج، قادر به اندازه گیری دما تا نزدیکترین به 0.1 ± 0.1 درجه سانتی گراد.

۱۹۴. معرف ها و لوازم

همه معرف ها باید حداقل دارای گرید معرف تحلیلی باشند مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد. در صورت امکان، معرف ها با شماره های ثبت (CAS) Chemical Abstract Service شناسایی می شوند.

۱، ۱۹۴. گاز حامل: هلیوم شماره [CAS: ۷-۵۹-۷۴۴۰] یا نیتروژن [CAS: ۷۷۲۷-۳۷-۹] با خلوص بالا (بیش از ۹۹.۹۹۹۹ درصد)

۲، ۱۹۴. گازهای کمکی: هوا و هیدروژن شماره [CAS: ۱۳۳۳-۷۴-۰] با خلوص بالا (بیش از ۹۹.۹۹۹۹ درصد) برای آشکارساز شعله یونی.

۳، ۱۹۴. Propan-2-ol شماره [CAS: ۶۷-۶۳-۰] با حداکثر محتوای آب ۱.۰ گرم در لیتر.

۴، ۱۹۴. Nicotine (-) شماره [CAS: ۵۴-۱۱-۵] با خلوص شناخته شده نه کمتر از ۹۸ درصد. همچنین ممکن است از نیکوتین سالیسیلات شماره [CAS: ۲۹۷۹-۵۲-۱] با خلوص شناخته شده کمتر از ۹۸ درصد استفاده شود. در صورت لزوم، آزمایشگاه ممکن است خلوص نیکوتین را تأیید کند.

۵، ۱۹۴. استاندارد داخلی برای آنالیز کروماتوگرافی گازی تعیین نیکوتین:

نرمال-هپتادکان شماره [CAS: ۶۲۹-۷۸-۷] یا کوینالدین شماره [CAS: ۹۱-۶۳-۴] خلوص کمتر از ۹۹ درصد نیست. ایکوزان شماره [CAS: ۱۱۲-۹۵-۸]، ایزوکینولین شماره [CAS: ۱۱۹-۶۵-۳] یا کینولون شماره [CAS: 91-22-5] خلوص کمتر از ۹۸٪ کسر جرمی یا سایر جایگزین های مناسب ممکن است نیز استفاده شود.

۶، ۱۹۴. مخلوط گاز استاندارد مونوکسید کربن (CO):

حداقل سه مخلوط گاز استاندارد با غلظت های دقیق شناخته شده در یک خطای نسبی ۲٪ که محدوده مورد انتظار را به گونه ای پوشش می دهد که از برون یابی منحنی کالیبراسیون جلوگیری شود. درصد حجمی مونوکسید کربن در نیتروژن معمولاً ۱ درصد، ۳ درصد و ۵ درصد است. برای سطوح پائین مونوکسید کربن، گسترش کالیبراسیون توصیه می شود، به عنوان مثال ۰.۲۵ درصد

۱۹۵. تهیه ظروف شیشه ای

۱، ۱۹۵. ظروف شیشه ای را تمیز و خشک کنید تا از رفع آلودگی باقی مانده ها اطمینان حاصل کنید.

۱۹۶. آماده‌سازی حلال‌ها

۱۹۶، ۱. حلال استخراج

پروپان-۲-أل [۷.۳] حاوی غلظت مناسب استاندارد داخلی.

۰.۱۰ گرم n-هپتادکان [۷.۵] را در یک فلاسک حجمی ۱ لیتری وزن کنید.

به طور کامل مخلوط کنید و محلول را به یک ظرف نگهداری مجهز به ویژگی‌هایی برای جلوگیری از آلودگی منتقل کنید.

توجه: غلظت و/یا نوع استاندارد داخلی ممکن است با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی استانداردهای داخلی بر حساسیت و گزینش‌پذیری و همچنین محدوده خطی روش تنظیم شود.

۱۹۷. آماده‌سازی استانداردها

۱۹۷، ۱. تعیین نیکوتین

۱۹۷، ۱، ۱. محلول موجودی ذخیره نیکوتین (۱۰ میلی گرم در میلی لیتر)

تقریباً ۱۰۰۰ میلی گرم نیکوتین را با دقت ۰.۱ میلی گرم در یک فلاسک حجمی ۱۰۰ میلی لیتری وزن کرده و با حلال استخراج شده رقیق کنید تا به حجم مورد نظر برسد.

کاملاً مخلوط کنید و در دمای ۰ تا ۴ درجه سانتی گراد نگهداری کنید و به دور از نور نگهداری کنید.

حلال و محلول‌های ذخیره شده در دماهای پائین باید قبل از استفاده در دمای (22 ± 2) درجه سانتی گراد به حالت تعادل برسند.

۱۹۷، ۱، ۲. محلول‌های استاندارد کاری نیکوتین

حجم‌های مختلفی از محلول موجودی ذخیره نیکوتین [۱۰.۱.۱] را در فلاسک‌های حجمی ۱۰۰ میلی لیتری جداگانه مطابق جدول ۱ پیپت کنید و با حلال استخراج شده به حجم رسانده و رقیق کنید.

در دمای ۰ تا ۴ درجه سانتی گراد نگهداری شود و از نور دور نگه داشته شود. حلال و محلول‌های ذخیره شده در دماهای پائین باید اجازه داشته باشند تا قبل از استفاده در دمای (22 ± 2) به تعادل برسند.

توجه: هنگامی که علاوه بر تعیین نیکوتین، تعیین آب به‌طور هم‌زمان روی یک دستگاه کروماتوگرافی گازی انجام می‌شود، محلول‌های استاندارد کاری نیکوتین و آب را می‌توان با هم ترکیب کرد.

۱،۳، ۱۹۷. غلظت نهایی نیکوتین استانداردها (mg/L) به کمک موارد زیر تعیین می شود:

$$\text{غلظت نهایی} \times \frac{X \times Y}{10} = \text{غلظت نهایی}$$

که در آن:

X وزن اصلی (بر حسب میلی گرم) نیکوتین است که در ۱۰.۱.۱ وزن شده است.

Y حجم محلول موجودی ذخیره استاندارد موجود در بند ۱۰.۱.۲ پیست شده است.

غلظت نهایی نیکوتین در محلول های استاندارد در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱. غلظت نیکوتین در محلول های استاندارد

غلظت تقریبی نیکوتین در محلول استاندارد نهایی (mg/L)	حجم نهایی (mL)	حجم محلول استاندارد داخلی (mL)	حجم موجودی ذخیره نیکوتین محلول (۱۰) استاندارد (mg/mL)
۲۰	۱۰۰	۰.۲	۱
۲۰۰	۱۰۰	۲ قابل اجرا نیست، در	۲
۴۰۰	۱۰۰	۴ محلول استخراج	۳
۶۰۰	۱۰۰	۶ موجود است	۴
۸۰۰	۱۰۰	۸	۵

محدوده محلول های استاندارد بسته به تجهیزات مورد استفاده و نمونه های مورد سنجش، با در نظر گرفتن تأثیر احتمالی روی حساسیت روش، ممکن است تنظیم شود.

۱۹۸. نمونه گیری

نمونه سیگار بر اساس ایزو ۸۲۴۳ [۲.۶] رویکردهای جایگزین ممکن است برای به دست آوردن نمونه آزمایشگاهی نماینده مطابق با رویه آزمایشگاهی منحصر بفرد یا زمانی که طبق مقررات خاص یا در دسترس بودن نمونه ها لازم باشد، استفاده شود.

۱۹۸، ۱. تشکیل نمونه آزمایشی

۱،۱،۱۹۸. نمونه آزمایشگاهی را در صورت امکان به واحدهای جداگانه (مانند بسته، ظرف نگهدارنده) تقسیم کنید.

۱،۲،۱۹۸. مقدار مساوی از محصول را برای هر نمونه آزمایشی از حداقل $n\sqrt{2.11}$ از واحدهای مجزا بگیرید (به عنوان مثال بسته، ظرف نگهدارنده).

۱۹۹. آماده سازی سیگار

۱،۱۹۹. همه سیگارها را طوری آماده کنید که مطابق با ایزو ۳۴۰۲ [۲.۳] دود شوند.

۱،۲،۱۹۹. سیگارها را در طول ته سیگار مطابق با ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] و شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت، روش انجام کار برای دود کردن شدید (راک ۰۱ تابلنت دابلوچ او) [۲.۹] علامت گذاری کنید.

۱،۳،۱۹۹. نمونه های آزمایشی را برای دود کردن در شرایط دود کردن شدید آماده کنید، همان طور که در شبکه آزمایشگاهی تنباکو سازمان جهانی بهداشت، روش انجام کار برای دود کردن شدید (راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت) [۲.۹] مشخص شده است.

۲۰۰. آماده سازی ماشین دود کننده

۱،۲۰۰. شرایط محیطی

شرایط محیطی برای دود کردن در ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] مشخص شده است.

۲،۲۰۰. مشخصات دستگاه دود کننده

از مشخصات دستگاه ایزو ۳۳۰۸ [۲.۱] پیروی کنید، به جز دود کردن شدید همان طور که در شبکه آزمایشگاهی تنباکو سازمان جهانی بهداشت، روش انجام کار برای دود کردن شدید (راک ۰۱ تابلنت سازمان جهانی بهداشت) [۲.۹] توضیح داده شده است.

۲۰۱. تولید نمونه

تعداد کافی سیگار را روی دستگاه دود کننده مشخص شده دود کنید به طوری که نش (بریک ثرو) حاصل نشود و غلظت نیکوتین و مونوکسید کربن در محدوده کالیبراسیون آماده شده برای آنالیز قرار گیرد.

- ۲۰۱،۱. نمونه‌های آزمایش سیگار را دود کنید و کل ذرات معلق را جمع‌آوری کنید، همان‌طور که در ایزو ۴۳۸۷ [۲.۲] یا در (راک ۰۱ تب‌لب‌نت سازمان جهانی بهداشت) [۲.۹] مشخص شده است.
- ۲۰۱،۲. فاز بخار را در یک سیستم جمع‌آوری مناسب [۶.۵] همان‌طور که در ایزو ۸۵۵۴ [۲.۵] مشخص شده است جمع‌آوری کنید.
- ۲۰۱،۳. حداقل یک نمونه آزمایش مرجع برای کنترل کیفیت، در صورت امکان قرار دهید.
- ۲۰۱،۴. هنگام آزمایش انواع نمونه برای اولین بار، میزان نشت فیلتر باید ارزیابی شود. ممکن است لازم باشد تعداد سیگارها برای جلوگیری از نشت پد فیلتر [۶.۷] تنظیم شود. اگر کل ذرات معلق از ۶۰۰ میلی‌گرم برای فیلتر ۹۲ میلی‌متری یا ۱۵۰ میلی‌گرم برای پد فیلتر ۴۴ میلی‌متری بیشتر شود، تعداد سیگارهای دود شده روی هر پد باید کاهش یابد.
- ۲۰۱،۵. تعداد سیگارهایی که باید در هر اندازه‌گیری برای دستگاه‌های دودکننده خطی و دوار در رژیم‌های دود کردن ایزو و شدید دود شود، در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲. تعداد سیگارهایی که باید برای یک اندازه‌گیری در ماشین‌های دود کننده خطی و دوار دود شوند.

	رژیم دود کردن ایزو		رژیم دود کردن شدید	
	خطی	دوار	خطی	دوار
تعداد سیگارها به ازای تله دود	۵	۲۰	۳	۱۰
تعداد تله دود به ازای نتیجه	۴	۱	۷	۲

۲۰۱،۶. پس از دود کردن هر سیگار، ته سیگار را بردارید و برای هر تله یک پک پاک کننده قرار دهید. پس از دود کردن تعداد مورد نیاز نمونه آزمایشی در هر تله، پنج پک پاک کننده برای هر تله انجام دهید و تله دود را از دستگاه دود کننده بردارید.

۲۰۱،۷. تعداد سیگار و کل پک‌ها را برای هر تله دود، از جمله پاک کردن پک‌ها، یادداشت کنید.

۲۰۱،۸. یک اندازه‌گیری خالی، حداقل یک بار در روز، با قرار دادن یک پد فیلتر کمبریج [۶.۷] در ناحیه دستگاه دود کننده در حین دود کردن انجام دهید.

۲۰۲. آماده‌سازی نمونه

۲۰۲،۱. پس از جمع‌آوری کل ذرات معلق، هر پد فیلتر کمبریج [۷.۶] را از نگهدارنده (برای خطی - سه سیگار دود شده در هر پد فیلتر کمبریج ۴۴ میلی‌متری، برای دوار ۱۰ سیگار دود شده در هر پد فیلتر کمبریج ۹۲ میلی‌متری) به یک محل تمیز و خشک با این مشخصات، منتقل کنید: فلاسک مخروطی ۱۰۰ میلی‌لیتری برای دیسک‌های ۴۴ میلی‌متری و فلاسک مخروطی ۲۵۰ میلی‌لیتری برای دیسک‌های ۹۲ میلی‌متری با درب شیشه‌ای [۶.۸]

۲۰۲،۲. نیمه جلوی نگهدارنده را دو بار با استفاده از یک چهارم پد فیلتر کمبریج تمیز ۴۴ میلی‌متری برای دستگاه‌های استعمال خطی و دو بار با استفاده از یک پد فیلتر کمبریج تمیز ۴۴ میلی‌متری برای دستگاه‌های استعمال دوار پاک کنید و آنها را به فلاسک مربوطه اضافه کنید.

۲۰۲،۳. به اندازه ۲۰ میلی لیتر حلال استخراج [۹.۱] برای دیسک‌های ۴۴ میلی متری و ۵۰ میلی لیتر حلال استخراج [۹.۱] برای دیسک‌های ۹۲ میلی متری را به هر فلاسک اضافه کنید. اطمینان حاصل کنید که دیسک‌ها کاملاً پوشانده شده‌اند.

۲۰۳. تجزیه و تحلیل نمونه

۲۰۳،۱. وزن کل ذرات معلق

روش تعیین وزن کل ذرات معلق در ایزو ۴۳۸۷ توضیح داده شده است [۲.۲]

۲۰۳،۲. محتوای نیکوتین

روش تعیین نیکوتین در دود سیگار اصلی در ایزو ۱۰۳۱۵ توضیح داده شده است [۴.۲]

شرایط کاری مناسب کروماتوگرافی گازی – آشکارساز شعله یونی: مثال

دمای انژکتور: ۲۵۰ درجه سانتی گراد

دمای آشکارساز: ۲۵۰ درجه سانتی گراد

گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن با سرعت جریان ۲۵ میلی لیتر در دقیقه

تزریق: ۱ میکرولیتر یا ۲ میکرولیتر

دمای ستون: ۱۷۰ درجه سانتی گراد (هم‌دمای)

توجه: ممکن است نیاز باشد پارامترهای عملیاتی با شرایط ابزار و ستون و وضوح قله‌های کروماتوگرافی تنظیم شوند.

۲۰۳،۳. محتوای مونوکسید کربن

روش تعیین مونوکسید کربن در فاز بخار دود در ایزو ۸۴۵۴ توضیح داده شده است [۵.۲]

۲۰۴. تجزیه و تحلیل داده‌ها و محاسبات

۲۰۴،۱. محتوای نیکوتین

۲۰۴،۱،۱. برای هر عصاره نمونه، نسبت پاسخ نیکوتین به پاسخ استاندارد داخلی را از ناحیه قله محاسبه کنید.

۲، ۱، ۲۰۴. محاسبه غلظت نیکوتین بر حسب میلی گرم در لیتر در هر عصاره نمونه با استفاده از ضرایب رگرسیون خطی

$$m_t = \frac{(Y_t - a)}{b}$$

که در آن:

m_t غلظت نیکوتین در عصاره نمونه بر حسب میلی گرم در لیتر است

Y_t نسبت پاسخ نیکوتین به پاسخ استاندارد داخلی از ناحیه قله است.

a فاصله رگرسیون خطی به دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است

b شیب رگرسیون خطی به دست آمده از منحنی کالیبراسیون استاندارد است

۳، ۱، ۲۰۴. مقدار نیکوتین برای هر عصاره نمونه، بر حسب میلی گرم در هر سیگار، به شرح زیر محاسبه می شود:

$$\text{محتوای نیکوتین (میلی گرم/سیگار)} = \frac{m_t \times V}{1000 \times N}$$

که در آن:

m_t : غلظت نیکوتین در عصاره نمونه، بر حسب میلی گرم در لیتر.

N : تعداد سیگارهای دود شده از طریق هر محفظه دود جمع کن (سه عدد برای خطی، ۱۰ برای چرخش).

V : حجم حلال استخراجی که محتویات عصاره در آن حل شده است (۲۰ میلی لیتر برای خطی و ۵۰ میلی لیتر برای چرخش).

۲، ۲۰۴. محتوای مونوکسید کربن

۱، ۲، ۲۰۴. حجم متوسط مونوکسید کربن در هر سیگار با معادله زیر به دست می آید:

$$V_{as} = \frac{C \times V \times N \times P \times T0}{S \times 100 \times p0 \times (t + T0)}$$

که در آن:

V_{as} حجم متوسط مونوکسید کربن در هر سیگار است، در میلی لیتر

C درصد حجمی مونوکسید کربن مشاهده شده است

V حجم پُک، بر حسب میلی لیتر است.

N تعداد پُک‌ها در نمونه اندازه گیری شده (از جمله پُک‌های پاک کننده) است.

p فشار محیط به کیلو پاسکال است.

p_o فشار اتمسفر استاندارد است، در kPa

S تعداد سیگارهای دود شده است.

T دمای محیط بر حسب درجه سانتی گراد است.

T_o دمای نقطه سه نقطه از آب، بر حسب کلوین است.

۲،۲،۲۰۴ میانگین جرم مونوکسید کربن در هر سیگار با معادله زیر به دست می آید.

$$m_{cig} = V_{as} \times \frac{M_{co}}{V_m}$$

که در آن:

V_{as} حجم متوسط مونوکسید کربن در هر سیگار است، در میلی لیتر

m_{cig} میانگین جرم مونوکسید کربن در هر سیگار، بر حسب میلی گرم

M_{co} جرم مولی مونوکسید کربن، بر حسب گرم بر مول است.

V_m حجم مولی یک گاز ایده آل به L/mol است.

۲۰۵. اقدامات احتیاطی خاص

۲۰۵،۱ پس از نصب ستون جدید، با تزریق عصاره نمونه تنباکو در شرایط ابزار مشخص شده، آن را مطابق

با دستورالعمل تعیین شده توسط سازنده آماده کنید. تزریق باید تا زمانی تکرار شود که نواحی قله (یا

ارتفاعات) آنالیت مورد نظر و استاندارد داخلی قابل تکرار باشد

۲۰۵،۲ هنگامی که نواحی قله (یا ارتفاعات) استاندارد داخلی به طور قابل توجهی بالاتر از حد انتظار باشد،

توصیه می شود که نمونه توتون بدون استاندارد داخلی در محلول استخراج، استخراج شود.

این امر امکان تعیین اینکه آیا هر جزء با استاندارد داخلی شسته می‌شود یا خیر، که باعث کاهش مصنوعی مقادیر نیکوتین می‌شود، را ممکن می‌کند.

۲۰۶. گزارش داده‌ها

۲۰۶،۱. همه اندازه‌گیری‌ها را برای هر یک از نمونه‌های ارزیابی شده گزارش کنید.

۲۰۶،۲. نتایج را طبق مشخصات روش گزارش کنید.

۲۰۶،۳. برای اطلاعات بیشتر، به شبکه آزمایشگاهی دخانیات سازمان جهانی بهداشت، رویه‌های عملیاتی استاندارد برای اعتبارسنجی روش‌های تحلیلی محتویات و مواد منتشره محصولات تنباکو مراجعه کنید.

(تبلنت سازمان جهانی بهداشت، راک ۰۲). [۲۰۱۰]

۲۰۷. کنترل کیفیت

۲۰۷،۱. پارامترهای کنترل

توجه: در صورتی که اندازه‌گیری‌های کنترلی خارج از محدوده تolerانس مقادیر مورد انتظار باشد، باید بررسی و اقدام مناسب انجام شود.

توجه: در صورت لزوم، به منظور انطباق با خط مشی‌های هر آزمایشگاه، روش‌های اضافی تضمین کیفیت آزمایشگاهی باید انجام شود.

۲۰۷،۲. بلانک معرف آزمایشگاهی

برای تشخیص آلودگی احتمالی در طول آماده‌سازی و تجزیه و تحلیل نمونه، یک معرف آزمایشگاهی بلانک قرار دهید. بلانک شامل تمام معرف‌ها و مواد مورد استفاده در تجزیه و تحلیل نمونه‌های آزمایشی است و مانند نمونه آزمایشی آنالیز می‌شود. جای خالی باید مطابق با رویه‌های هر آزمایشگاه ارزیابی شود.

ارزیابی بلانک باید کمتر از حد تشخیص باشد.

۲۰۷،۳. نمونه کنترل کیفیت

برای تأیید سازگاری کل فرآیند تحلیلی، یک سیگار مرجع (یا یک نمونه کنترل کیفیت مناسب) را مطابق با رویه‌های هر آزمایشگاه تجزیه و تحلیل کنید.

۲۰۸. مشخصات عملکرد روش

۲۰۸،۱. حد گزارش‌دهی

حد گزارش بر روی کمترین غلظت استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده تنظیم می شود که مجدداً به میلی گرم در هر سیگار محاسبه می شود (به عنوان مثال برای دستگاه دود کردن سیگار خطی، کمترین استاندارد کالیبراسیون نیکوتین ۲۰ میلی گرم در لیتر مربوط به ۱۰۰ میلی گرم در هر سیگار است).

۲۰۸،۲. ویژگی تحلیلی

برای مشخص سازی های کروماتوگرافی گازی (نیکوتین)، از زمان نگهداشت آنالیت مورد نظر برای تأیید ویژگی تحلیلی استفاده می شود. محدوده مشخصی از نسبت های پاسخ جزء به جزء استاندارد داخلی یک سیگار کنترل کیفیت برای تأیید ویژگی نتایج برای یک نمونه ناشناخته استفاده می شود.

۲۰۸،۳. خطی بودن

محتوای نیکوتین: منحنی های کالیبراسیون نیکوتین ایجاد شده در محدوده کالیبراسیون استاندارد ۸۰۰-۲۰ میلی گرم در لیتر خطی هستند.

۲۰۸،۴. تداخل های احتمالی

وجود اورتول می تواند باعث تداخل شود، زیرا زمان ماند آن مشابه نیکوتین است. این تداخل به احتمال زیاد در نمونه های حاوی میخک رخ می دهد. آزمایشگاه ممکن است نیاز به حل این مشکل با تنظیم پارامترهای ابزار تحلیلی داشته باشد.

۲۰۹. تکثیرپذیری و تکرارپذیری

در سال ۲۰۰۷ یک مطالعه مشترک جهانی با هدف اعتبارسنجی روشی برای ارزیابی TNCO در جریان اصلی دود سیگار مطابق با استانداردهای ایزو با استفاده از یک رژیم استعمال شدید بر روی ۱۴ آزمایشگاه و سه سیگار مرجع (3R4F، 1R5F و CM6) و دو برند تجاری، انجام شد [۲۰۱۲]. نتایج این مطالعه درخصوص محدودیت های دقت این روش در جدول ۳ و جدول ۴ نشان داده شده است.

تفاوت بین دو نتیجه یکسان یافت شده بر روی نمونه های تنباکوی میچ شده توسط کارور و تجهیزات مشابه در کوتاه ترین زمان ممکن تکرارپذیری، ۲- به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش-متفاوت هستند.

نتایج سنجش یکسان بر روی نمونه های تنباکوی میچ شده که توسط دو آزمایشگاه گزارش شد، بیش از تکثیرپذیری، R- به طور متوسط کمتر از یک بار در هر ۲۰ مورد در صورت استفاده استاندارد و صحیح روش-متفاوت هستند.

نتایج سنجش مطابق با ایزو ۱-۵۷۲۵ [۲.۷] و ایزو ۲-۵۷۲۵ [۲.۸] برای ارائه داده‌های دقت‌سنجی مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت.

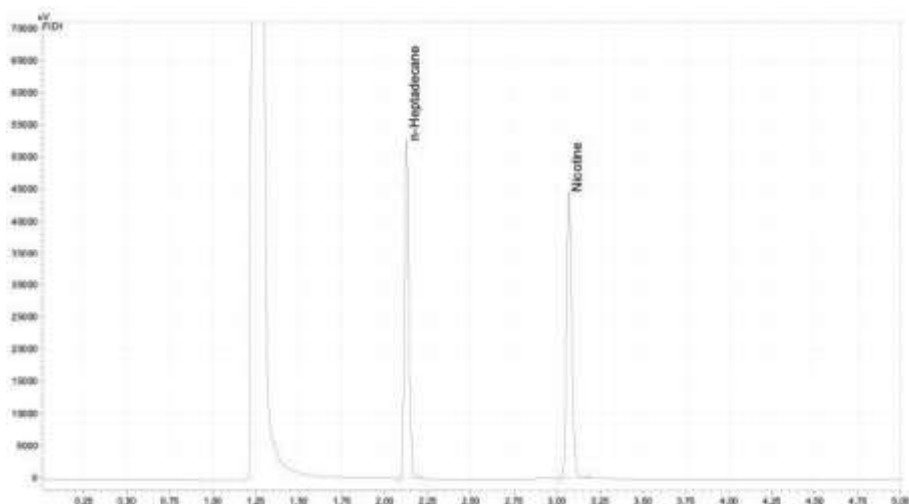
جدول ۳. داده‌های محدودیت دقت برای تعیین مقدار منواکسید کربن (CO) (سیگار/mg) در سیگار.

سیگارهای مرجع	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}
1R5F	۱۳	۲۷/۳۹	۲/۵۳	۴/۶۲
3R4F	۱۳	۳۲/۱۹	۲/۲۴	۲/۹۷
CM6	۱۳	۲۶/۸۷	۱/۴۰	۲/۹۱

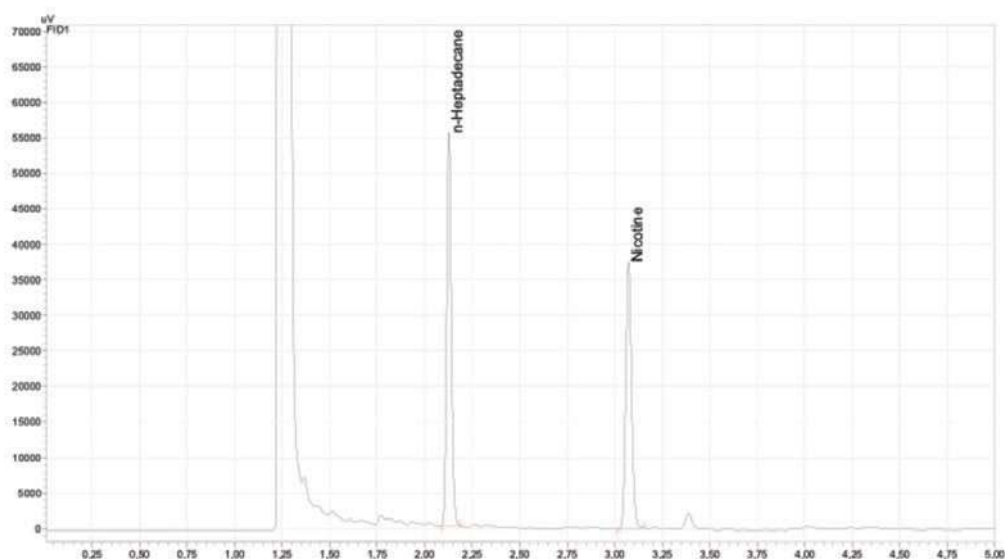
جدول ۴ داده‌های محدودیت دقت برای تعیین مقدار نیکوتین (سیگار/mg) در سیگار.

سیگارهای مرجع	N	m_{cig}	r_{limit}	R_{limit}
1R5F	۱۳	۱/۰۲	۰/۰۸	۰/۱۷
3R4F	۱۳	۱/۹۱	۰/۱۴	۰/۳۱
CM6	۱۳	۲/۷۳	۰/۲۰	۰/۴۲

پیوست ۱. کروماتوگرام‌های معمول به دست آمده در آنالیز نیکوتین با روش کروماتوگرافی گازی



نمودار ۱ نمونه‌ای از یک کروماتوگرام محلول استاندارد نیکوتین



نمودار ۲. نمونه‌ای از کروماتوگرام محلول نمونه نیکوتین

کتاب حاضر، ترجمه فارسی روش‌های انجام کار (SOPs) در زمینه‌ی تجزیه شیمیایی محتوا و مواد منتشره محصولات دخانی است که توسط شبکه آزمایشگاه‌های کنترل دخانیات سازمان جهانی بهداشت (TobLabNet) و گروه کارشناسی مقررات دخانیات (TobReg) تدوین شده‌اند. این روش‌ها، جایگزین استانداردهای تدوین‌شده در این خصوص توسط صنعت و منتشرشده توسط سازمان بین‌المللی استانداردسازی (ISO) هستند.



قیمت: رایگان

