ГОСТ 30570—98
(ИСО 10315—91)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

Издание официальное

БЗ 4—98/790

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 153 «Табак и табачные изделия», НПО «Табак»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13—98 от 28 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Разделы 1, 3—9 настоящего стандарта представляют собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 10315—91 «Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 марта 1999 г. № 96 межгосударственный стандарт ГОСТ 30570—98 (ИСО 10315—91) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура 2
6 Методика испытаний 2
7 Обработка результатов 3
8 Сходимость и воспроизводимость 3
9 Протокол испытаний 3
Приложение А Использование настоящего метода в связи или с одновременным определением содержания воды газохроматографическим методом 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

Cigarettes. Determination of nicotine in smoke condensates. Gas-chromatographic method

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод газохроматографического определения содержания никотина в конденсате сигаретного дыма. Прокуривание сигарет и сбор конденсата главной струи дыма проводят по ГОСТ 30571. Этот метод применим также для определения содержания никотина в конденсате дыма сигарет, прокуренных нестандартным методом.

Примечание — При невозможности использовать газохроматографический метод допускается использование метода по ГОСТ 30438 для определения суммы алкалоидов. В этом случае при выражении результатов испытаний указывают, что определение проводилось по ГОСТ 30438.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 30039—98 (ИСО 8243—91) Сигареты. Отбор проб

ГОСТ 30438—96 (ИСО 3400—91) Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Спектрометрический метод

ГОСТ 30571—98 (ИСО 4387—91) Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

ГОСТ 30622.1—98 (ИСО 10362-1—91) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии.

3 Сущность метода

Собранный конденсат главной струи дыма растворяют в растворителе. Содержание никотина в аликвотной пробе раствора определяют методом газовой хроматографии и вычисляют содержание никотина в конденсате дыма.

4 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитической чистоты.

4.1 Газ-носитель — гелий по НД или азот по ГОСТ 9293.

4.2 Дополнительные газы — воздух и водород по ГОСТ 3022 высокой степени чистоты для пламенно-ионизационного детектора.

4.3 2-Пропанол (изопропанол) по НД с максимальным содержанием воды 1,0 мг/см^3.

4.4 Внутренний стандарт - *н*-гептадекан по НД или хинальдин по НД (степень чистоты не менее 99 %).

Издание официальное

4.5 Экстракционный растворитель — 2-Пропанол (4.3), содержащий 0,5 г/дм^3 внутреннего стандарта (4.4).

4.6 Стандартное вещество — никотин (степень чистоты не менее 98 %), хранить при температуре от 0 до плюс 4 °С.

4.7 Калибровочные растворы.

Никотин (4.6) растворяют в растворителе (4.5) для получения не менее четырех калибровочных растворов, концентрация которых должна охватывать область возможного содержания никотина в анализируемой пробе (обычно от 0,02 до 2,0 мг/см^3). Хранить их следует в темном месте при температуре от 0 до плюс 4 °С.

5 Аппаратура

Обычные лабораторные приборы, а также следующие:

5.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и записывающим устройством.

5.2 Колонка внутренним диаметром от 2 до 4 мм и длиной от 1,5 до 2 м. Стационарная фаза: 10 % полиэтиленгликоля 20000 с 2 % гидроксида калия на силанизированном, отмытом кислотой носителе с зернением от 1,147 до 0,175 мм.

Примечания

1 Предпочтительно использовать стеклянные колонки. Однако могут быть использованы колонки из других материалов, как например, из нержавеющей стали или никеля. Могут также применяться и другие стационарные фазы, такие как 2 %-ный Версамид 900 с 1 % гидроксида калия или меньшее количество полиэтиленгликоля 2000 с гидроксидом калия или без него. При использовании других стационарных фаз следует убедиться в том, что пик никотина на хроматограмме отделен от пиков других компонентов дыма, внутреннего стандарта и растворителя.

2 КОРЕСТА рекомендует использовать и другие колонки.

6 Методика испытаний

6.1 Анализируемая проба

Пробу для анализа готовят растворением конденсата дыма, полученного при прокуривании на курительной машине определенного количества сигарет, в 20 см^3 растворителя (4.5) при диаметре фильтра 44 мм или в 50 см^3 растворителя (4.5) при диаметре фильтра 92 мм для получения концентрации никотина, соответствующей калибровочному графику (6.3). Анализ проводят по возможности быстро, а в случае если перерыв в работе необходим, то пробу хранят в темном месте при температуре от 0 до плюс 4 °С. Стандартное прокуривание проводят по ГОСТ 30571.

6.2 Подготовка приборов

Для проведения испытаний по инструкциям производителей настраивают газовый хроматограф, самописец или интегратор и автоматический пробоотборник (если он используется). При этом убеждаются, что пики растворителя, внутреннего стандарта, никотина и других компонентов дыма, особенно неофитадиена, хорошо разделены.

Условия хроматографирования:

температура колонки — 170 °С (изотермическая);

температура испарителя — 250 °С;

температура детектора — 250 °С;

газ-носитель азот или гелий с расходом около 30 см^3/мин;

объем пробы — 0,002 см^3.

При соблюдении указанных условий продолжительность анализа составляет от 6 до 8 мин.

6.3 Калибровка газового хроматографа

Аликвотную часть (0,002 см^3) каждого калибровочного раствора по 4.7 вводят в газовый хроматограф. Регистрируют площади пиков (или высоты) никотина и внутреннего стандарта. Анализ каждого калибровочного раствора проводят минимум 2 раза.

Рассчитывают отношения площадей пиков (или высот) никотина и внутреннего стандарта для каждого калибровочного раствора. Используя данные о концентрации никотина и отношения площадей, строят калибровочный график или рассчитывают линейное уравнение регрессии (концентрация никотина и отношение площадей). График должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат. Используют угловой коэффициент уравнения регрессии. Процесс калибрования проводят ежедневно. Кроме того, после анализа каждых 20 проб вводят аликвотную часть калибровочного раствора средней концентрации. Если рассчитанная для этого

раствора концентрация отличается более чем на 3 % от исходного значения, то повторяют весь процесс калибровки.

6.4 Определение

Аликвотные части (0,002 $см^3$) исследуемой пробы по 6.1 вводят в газовый хроматограф. Отношение между пиком никотина и пиком внутреннего стандарта рассчитывают на основе данных площадей пиков (или высот). Проводят два определения одной и той же пробы, из которых рассчитывают среднее значение.

7 Обработка результатов

Концентрацию никотина в исследуемой пробе рассчитывают с помощью калибровочного графика или линейного уравнения регрессии по 6.3. По концентрации никотина в исследуемой пробе рассчитывают содержание никотина в конденсате дыма, а из него — содержание никотина в прокуренных сигаретах. Результаты испытаний выражают в миллиграммах на сигарету по каждому каналу с точностью до 0,01 мг, а среднее значение — с точностью до 0,1 мг.

8 Сходимость и воспроизводимость

Межлабораторный эксперимент, проведенный в 1990 г. в широких международных масштабах на шести пробах и с участием 30 лабораторий, показал следующие значения сходимости (r) и воспроизводимости (R) при прокуривании сигарет по ГОСТ 30571 и определении содержания никотина настоящим методом.

При правильном применении метода разница между двумя результатами, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени и при наличии однородных проб сигарет, не должна превышать значение сходимости (r) более чем один раз в 20 случаях.

Результаты, полученные двумя лабораториями с однородными пробами сигарет, при правильном применении метода не должны превышать значение воспроизводимости (R) более чем один раз в 20 случаях.

Значения сходимости (r) и воспроизводимости (R) приведены в таблице 1.

Для вычисления r и R был выбран один результат определения в качестве среднего значения, полученного при прокуривании 20 сигарет за одну единственную операцию прокуривания. Другие подробности, касающиеся r и R, приведены в отчете КОРЕСТА 91/1.

Отклонения, связанные с методом отбора проб, приведены в ГОСТ 30039.

Таблица 1 — Значения сходимости и воспроизводимости

Среднее содержание никотина, мг	Сходимость r, мг	Воспроизводимость R, мг
0,091	0,040	0,069
0,179	0,046	0,069
0,326	0,050	0,076
0,673	0,077	0,109
0,835	0,079	0,142
1,412	0,107	0,195

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать данные о содержании никотина в каждой прокуренной сигарете, указание на использованный метод, включая перечень условий испытаний, которые могут повлиять на его результат (например, атмосферное давление во время прокуривания), протокол должен включать все основные сведения, необходимые для идентификации сигарет.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

Использование настоящего метода в связи или с одновременным определением содержания воды газохроматографическим методом

Метод может быть использован для газохроматографического определения содержания воды в конденсате дыма по ГОСТ 30622.1. Это возможно при следующих условиях:

- к растворителю по 4.5 добавляют соответствующее количество внутреннего стандарта, предназначенного для определения воды;
- в качестве газа-носителя предпочтение отдается гелию;
- для определения воды аликвотная часть раствора конденсата дыма вводится как в колонку, соединенную с детектором по теплопроводности, так и в колонку для определения никотина с предусмотренным в этом методе детектором.

Одновременное автоматическое определение содержания никотина и воды может быть проведено как раздельно, так и с помощью автоматического устройства ввода проб, оборудованного двумя испарителями. Если определение содержания никотина и воды проводится в одной пробе раздельно, то в первую очередь определяют воду, чтобы предотвратить абсорбцию воды пробой, что может повлиять на конечный результат.

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, никотин, конденсат дыма, газовая хроматография, прокуривание, аликвотная проба, калибровочные растворы, концентрация никотина

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 26.05.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.
Тираж 276 экз. С2900. Зак. 453.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru