МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

Издание официальное

БЗ 4—98/792

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 № 14—98 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
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, 4, 6—8 настоящего стандарта представляют собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 10362-1—91 «Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Часть 1. Метод газовой хроматографии»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 марта 1999 г. № 81 межгосударственный стандарт ГОСТ 30622.1—98 (ИСО 10362-1—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 4
Приложение А Библиография 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

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

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения воды в конденсате дыма сигарет. Прокуривание сигарет и сбор главной струи дыма проводят в соответствии с ГОСТ 30571. Данный метод применим и к определению воды в конденсате дыма, полученном нестандартным прокуриванием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 5963—67 Спирт этиловый питьевой 95 %-ный. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия
ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 30039—98 (ИСО 8243—91) Сигареты. Отбор проб
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

3 Сущность метода

Растворение конденсата главной струи дыма в растворителе. Определение содержания воды в аликвотной пробе этого раствора методом газовой хроматографии и расчет содержания воды в конденсате дыма.

4 Реактивы

Используют только аналитически чистые реактивы.
4.1 Газ-носитель — гелий по НД или азот по ГОСТ 9293.
4.2 2-Пропанол по НД [1] (приложение А) с максимальным содержанием воды 1,0 мг/см^3.
4.3 Внутренний стандарт — этанол по ГОСТ 5963 или метанол по ГОСТ 6995 (степень чистоты не менее 99 %).
4.4 Экстрагирующий растворитель — 2-пропанол, содержащий 5,0 см^3 внутреннего стандарта на 1 дм^3.
4.5 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.
4.6 Калибровочные растворы
Готовят четыре калибровочных раствора, диапазон концентрации которых должен включать ожидаемое содержание воды в анализируемой пробе (обычно менее 4 мг/см^3). Для этого определен-

Издание официальное

ные количества воды по 4.5 добавляют в растворитель по 4.4. Одним из этих калибровочных растворов должен быть растворитель без добавления воды (для холостого опыта).

Для предотвращения поглощения воды растворителем сосуд, содержащий его, должен быть снабжен ловушкой воды, а сосуды с растворами должны быть герметично закрыты. Сосуды с растворами перед применением тщательно перемешивают для обеспечения гомогенности. Калибровочные растворы готовят с использованием 2-пропанола одной и той же партии. Использование этих растворов проводят по 6.1.

5 Аппаратура

5.1 Хроматограф, оборудованный детектором по теплопроводности (катарометром) и записывающим устройством.

5.2 Колонка внутренним диаметром 2—4 мм и длиной 1,5—2 м. Стационарная фаза: Порапак Q, 1,147—0,175 мм.

5.3 Автоматическая дозирующая система, способная дозировать необходимый объем экстрагирующего растворителя.

Примечания

1 Колонку изготовляют из дезактивированной нержавеющей стали или другого материала, например, стекла или никеля. Возможно использование других стационарных фаз — Порапак QS или Хромосорб 102.

2 Стеклянную посуду и резиновые колпачки для сосудов до применения хранят в эксикаторе.

3 Дозирующую систему перед применением промывают растворителем в количестве не менее 50 $см^3$.

6 Методика испытаний

6.1 Контрольная проба

Контрольную пробу готовят, растворяя конденсат дыма, полученный прокуриванием определенного количества сигарет, в 20 $см^3$ экстрагирующего растворителя для фильтра диаметром 44 мм или в 50 $см^3$ экстрагирующего растворителя для фильтра диаметром 92 мм, для того чтобы получить концентрацию воды, соответствующую калибровочному графику по 6.3.

6.2 Подготовка приборов

Готовят и приводят в действие газовый хроматограф и автоматический пробоотборник (если он используется) в соответствии с инструкциями изготовителя. При этом необходимо убедиться, что пики воды, внутреннего стандарта и растворителя хорошо разделены. Готовят систему непосредственно перед испытанием путем введения в качестве активатора аликвотной пробы экстрагирующего растворителя, равной 0,002 $см^3$.

Рабочие условия:

температура колонки	170 °С (изотермическая)
температура инжектора	250 °С
температура детектора	250 °С
газ-носитель	гелий, 30 $см^3$/мин
объем растворителя	0,002 $см^3$

Примечание — В качестве газа-носителя можно использовать азот.

6.3 Калибровка газового хроматографа

В газовый хроматограф вводят по очереди аликвотные пробы, равные 0,002 $см^3$, каждого калибровочного раствора. Записывают высоты пиков воды и внутреннего стандарта. Определение проводят минимум 2 раза.

Рассчитывают отношение высот пиков воды и внутреннего стандарта для каждого калибровочного раствора, включая чистый растворитель. Строят график зависимости концентрации воды и отношений высот пиков воды и внутреннего стандарта или рассчитывают уравнение линейной регрессии.

Калибровку проводят ежедневно. Аликвотную пробу средней концентрации вводят через каждые 20 определений. Если рассчитанная концентрация для этого раствора отличается более чем на 3 % от показателя первоначальной калибровки, то всю процедуру калибровки повторяют.

Примечание — Линия регрессии не проходит через начало координат из-за наличия воды в экстрагирующем растворителе. Если содержание воды в экстрагирующем растворителе превышает 1,0 $мг/см^3$, то его не используют.

6.4 Холостой опыт

Так как ловушки для дыма и растворители поглощают воду, необходимо определить ее количество при холостом опыте. Образцы для холостого опыта готовят, используя дополнительные ловушки (хотя бы две на 100 прокуриваний сигарет) так же, как и ловушки для сбора конденсата. Их устанавливают на машину, прокуривают при незажженных сигаретах и анализируют как и ловушки с конденсатом дыма.

6.5 Определение

Аликвоту анализируемой пробы объемом 0,002 $см^3$ из ловушек с конденсатом дыма и холостых ловушек вводят в газовый хроматограф.

Рассчитывают отношение высот пика воды и внутреннего стандарта.

Определение выполняют не менее двух раз в идентичных условиях и вычисляют среднее значение отношения.

7 Обработка результатов

Концентрацию воды в экстрактах ловушки для дыма и холостой ловушки рассчитывают, используя калибровочный график или уравнение линейной регрессии.

Содержание воды в конденсате дыма W, мг/сиг., рассчитывают по формуле

$$W = \frac{C_S - C_B}{N} \cdot V, \qquad (1)$$

где C_S — концентрация воды в ловушке для дыма, мг/$см^3$;

C_B — концентрация воды в холостой ловушке, мг/$см^3$;

N — количество сигарет, прокуренных за один курительный цикл, шт.;

V — объем экстрагирующего растворителя, в котором растворили содержимое ловушки дыма, $см^3$.

Результаты выражают с точностью до 0,01 по каждому каналу и с точностью до 0,1 при расчете среднего значения на одну сигарету.

8 Сходимость и воспроизводимость

Исследования, проведенные в 1990 г. в широких масштабах на 6 пробах с участием 30 лабораторий при прокуривании сигарет в соответствии с ГОСТ 30571, установили следующие значения сходимости r и воспроизводимости R.

Разница между двумя отдельными результатами, полученными одним и тем же испытателем на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени и при наличии равноценных проб сигарет, может превышать значение сходимости r в среднем не чаще чем один раз в 20 случаях.

Результаты, полученные двумя лабораториями с равноценными пробами при правильном применении метода, должны отличаться один от другого в среднем не чаще одного раза в 20 случаях на разницу, превышающую значение воспроизводимости R.

Результаты исследований приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения сходимости и воспроизводимости

Среднее значение содержания воды, мг	Сходимость, r, мг	Воспроизводимость, R, мг
0,083	0,154	0,241
0,153	0,228	0,353
0,338	0,272	0,381
0,962	0,407	0,734
1,595	0,561	0,935
3,187	0,908	1,680

Для определения *r* и *R* результат испытания был определен как среднее значение, полученное при прокуривании 20 сигарет за одну операцию прокуривания. Отклонения, вызванные отбором проб, приведены в ГОСТ 30039.

9 Протокол испытаний

В протоколе указывают содержание воды в конденсате дыма каждой прокуренной сигареты, использованный метод с указанием всех условий, способных повлиять на результат (например, атмосферное давление во время прокуривания). Кроме этого указывают все подробности, необходимые для идентификации прокуренных сигарет.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—402—87 2-Пропанол (изопропиловый спирт), х.ч.

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, содержание воды, конденсат сигаретного дыма, машина для прокуривания сигарет, фильтр из стекловолокна, аликвотная проба, калибровочный раствор, газовая хроматография, прокуривание

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.04.99. Подписано в печать 14.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 263 экз. С 2830. Зак. 411.

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