МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32175— 2013 (ISO 13276:1997)

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ НИКОТИНА

Гравиметрический метод с применением кремневольфрамовой кислоты

(ISO 13276:1997, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ «ВНИИТТИ Россельхозакадемии») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 153)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1966-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32175—2013 (ИСО 13276:1997) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 13276:1997 «Табак и табачные изделия. Определение чистоты никотина. Гравиметрический метод с применением кремневольфрамовой кислоты» (ISO 13276:1997 «Tobacco and tobacco products — Determination of nicotine purity — Gravimetric method using tungstosilicic acid», MOD), разработанному Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 126 «Tobacco and tobacco products» Международной организации по стандартизации (ISO), путем внесения изменения содержания некоторых элементов, которые выделяются курсивом. Внесен раздел «Нормативные ссылки» и исключен структурный элемент «Библиография».

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА

6 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51296—99 (ИСО 13276—97)[1)]

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 г.

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1966-ст ГОСТ Р 51296—99 отменен с 1 января 2015 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1997 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2014, 2020

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 1
4 Реактивы . . . 2
5 *Аппаратура* . . . 2
6 Методика проведения анализа . . . 2
7 Обработка результатов . . . 3
8 Повторяемость и воспроизводимость . . . 4
9 Отчет о проведении испытаний . . . 4
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта . . . 5

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ НИКОТИНА

Гравиметрический метод с применением кремневольфрамовой кислоты

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

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на табак и табачные изделия и устанавливает метод гравиметрического определения чистоты никотина с применением кремневольфрамовой кислоты.

Данный метод применим к чистому никотину или солям никотина, используемым для калибровки аналитических методов определения содержания никотина в табаке, табачных изделиях и при анализе дыма.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Получение комплексного соединения никотина или его солей с кремневольфрамовой кислотой с образованием нерастворимого кремневольфрамата никотина. Отделение массы осадка путем фильтрования через стеклянный тигель с пористым дном из подвергнутого спеканию стеклянного порошка и использования шкафа или фильтрования через беззольный бумажный фильтр с последующим его прокаливанием.

Издание официальное

4 Реактивы

Используют реактивы только аналитической чистоты.

4.1 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

4.2 Кремневольфрамовая кислота, раствор объемной концентрации 12 % *по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.*

Растворить 12 г додека-кремневольфрамовой кислоты ($SiO_2 12WO_3 26H_2O$) в 100 см^3 воды.

Примечание — Нельзя применять другие формы этой кислоты, такие как $4H_2OSiO_2\ 10WO_3 3H_2O$ или $4H_2OSiO_2\ 12WO_3 20H_2O$, так как они не образуют кристаллических осадков с никотином.

4.3 Соляная кислота по ГОСТ 3118, раствор объемной концентрации 20 %.

20 см^3 соляной кислоты ρ_{20} = 1,18 г/см^3 разбавляют водой до 100 см^3.

4.4 Соляная кислота по ГОСТ 3118, раствор объемной концентрации 0,1 %.

5 см^3 раствора по *4.3* разбавляют водой до 1000 см^3.

4.5 Никотин ($C_{10}H_{14}N_2$), раствор *массовой* концентрации 0,1 мг/см^3 *по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.*

Растворяют в небольшом количестве воды 2,5 мг никотина в колбе по 5.1 и доводят водой объем раствора до 25 см^3.

5 *Аппаратура*

5.1 Колба мерная вместимостью 25 см^3 по *ГОСТ 1770*.

5.2 Стаканы химические вместимостью 250 см^3 по *ГОСТ 19908*.

5.3 Стекла часовые по *ГОСТ 25336*.

5.4 Палочки стеклянные по *ГОСТ 25336* для перемешивания.

5.5 Эксикатор по *ГОСТ 25336* с осушителем хлоридом кальция[1)].

5.6 Оборудование для фильтрования через стеклянный тигель с пористым дном

5.6.1 Стеклянный тигель (тип Гуча) № 2 (с пористостью пластинки от 40 до 100 мкм) по *ГОСТ 25336*.

5.6.2 Колба для фильтрования (колба Бунзена) по *ГОСТ 19908*.

5.6.3 Вакуум-насос системы Камовского.

5.6.4 Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (120 ± 5) °С.

5.7 Оборудование для фильтрования через бумажный фильтр

5.7.1 Бумага фильтровальная беззольная по *ГОСТ 12026* (примером подобного типа бумаги является ватман № 42).

5.7.2 Тигли фарфоровые или платиновые по *ГОСТ 9147*.

5.7.3 Газовая или электрическая горелка Бунзена, обеспечивающая температуру свыше 600 °С.

5.7.4 Печь муфельная, обеспечивающая температуру свыше 600 °С.

5.8 Весы лабораторные по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 мг.

6 Методика проведения анализа

***6.1* Осаждение**

Отвешивают с точностью до 0,0001 г примерно 0,1 г никотина (или эквивалентное количество соли никотина) (*m*) в каждый из пяти химических стаканов вместимостью по 250 см^3 (*5.2*) со стеклянной палочкой внутри (*5.4*). В каждый стакан приливают по 100 см^3 воды и по 2 см^3 20%-ного раствора соляной кислоты (*4.3*) и перемешивают. Стеклянную палочку не вынимают из стакана. Медленно приливают 15 см^3 раствора кремневольфрамовой кислоты (*4.2*) при постоянном помешивании палочкой. Накрывают каждый стакан вместе с палочкой часовым стеклом (*5.3*) и оставляют на ночь примерно на 12 ч. Перед фильтрованием размешивают осадок для того, чтобы убедиться, что он быстро оседает и состоит из кристаллов. Проверяют полноту осаждения добавлением нескольких капель раствора кремневольфрамовой кислоты.

[1)] Могут применяться другие осушители, эквивалентные по эффективности.

6.2 Фильтрование

Фильтрование проводят по *6.2.1 или 6.2.2*.

***6.2.1* Фильтрование с помощью стеклянного тигля с пористым дном (тип Гуча)** (*5.6.1*)

Тигли просушивают в сушильном шкафу при температуре 120 °С до достижения постоянной массы ± 1 мг. Хранят высушенные тигли в эксикаторе (*5.5*).

Взвешивают с точностью до 0,0001 г каждый тигель (m_1) и отфильтровывают осадок каждого стакана через тигель с использованием колбы Бунзена (*5.6.2*) и вакуум-насоса (*5.6.3*). Чтобы осадок не остался на стенках стакана и на стеклянной палочке, их промывают примерно около трех раз раствором соляной кислоты (*4.4*) объемом по 15 см^3 и профильтровывают через тот же фильтр. Жидкость из колбы Бунзена выливают.

Осадок в тигле промывают порциями раствора соляной кислоты (*4.4*) (для этого может потребоваться до 400 см^3), которую собирают и проверяют добавлением нескольких капель раствора никотина (*4.5*) для того, чтобы убедиться в отсутствии опалесценции (помутнения) раствора, т. е. в том, что вся кремневольфрамовая кислота удалена.

Стеклянные тигли с осадком сушат в сушильном шкафу (*5.6.4*) в течение 3 ч при температуре 120 °С. Тигли помещают в эксикатор (*5.5*) для остывания и взвешивают с точностью до 0,0001 г (m_2). Тигли снова помещают в сушильный шкаф на 1 ч, охлаждают в эксикаторе и повторно взвешивают. При необходимости процедуру досушки повторяют до достижения постоянной массы ± 1 мг.

6.2.2 Фильтрование через беззольную фильтровальную бумагу

Отфильтровывают осадок прямо через фильтровальную бумагу (*5.7.1*). Чтобы осадок не остался на стенках стакана и стеклянной палочке, их промывают около трех раз раствором соляной кислоты (*4.4*) объемом по 15 см^3 и профильтровывают через тот же фильтр. Жидкость выливают.

Осадок на фильтровальной бумаге промывают порциями раствора соляной кислоты (*4.4*) (для этого может потребоваться до 400 см^3), которую собирают и проверяют добавлением нескольких капель раствора никотина (*4.5*) для того, чтобы убедиться в отсутствии опалесценции (помутнения) раствора, т. е. в том, что вся кремневольфрамовая кислота удалена.

Тигли (*5.7.2*) просушивают на горелке Бунзена (*5.7.3*) или в муфельной печи (*5.7.4*) при 600 °С до достижения постоянной массы ± 1 мг и хранят в эксикаторе (*5.5*).

Во взвешенные с точностью до 0,0001 г тигли (m_1) помещают бумажный фильтр с осадком. Тигель ставят на треножник и осторожно обугливают с помощью горелки Бунзена, избегая воспламенения. Содержимое тигля осторожно измельчают для того, чтобы убедиться в полном отсутствии углерода. Остаток должен быть зеленовато-желтого цвета. Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе (*5.5*) и взвешивают с точностью 0,0001 г (m_2). При необходимости повторяют прокаливание до достижения постоянной массы ± 1 мг.

Примечание — После проведения обугливания фильтровальной бумаги можно оставить тигель с остатком на ночь в муфельной печи (*5.7.4*) при температуре более 600 °С. Этот прием дает уверенность в том, что не потребуется повторного прокаливания.

7 Обработка результатов

Чистоту никотина или солей никотина $H_ч$, %, рассчитывают по формуле

$$H_ч = \frac{(m_2 - m_1)C}{m}100, \quad (1)$$

где m_2 — масса тигля с осадком после высушивания (*6.2.1*) или сжигания (*6.2.2*), мг;

m_1 — масса высушенного пустого тигля, мг;

C — коэффициент, зависящий от способа фильтрования:

0,1012 — при фильтровании через тигель с пористым дном,

0,1141 — при фильтровании через фильтровальную бумагу;

m — эквивалентная масса никотина в анализируемой пробе, мг.

При использовании описанного метода с целью определения чистоты солей никотина необходимо рассчитать эквивалентную массу никотина, исходя из массы соли никотина по формуле

$$m = m_s \frac{162,2}{M_s}, \quad (2)$$

где m_s — масса соли никотина, мг;

M_s — молекулярная масса соли никотина.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов пяти определений, рассчитанное до первого десятичного знака.

8 Повторяемость и воспроизводимость

Совместные международные испытания с участием 17 лабораторий, проведенные в 1993 г. на двух образцах с использованием чистого никотина и слегка разложившегося чистого никотина при применении описанного метода, дали следующие результаты.

Значения повторяемости (r) и воспроизводимости (R)

При правильном применении метода разница между двумя результатами определений, полученная одним оператором на одном и том же приборе за короткий период времени, может превысить значение сходимости (r) не более чем в одном случае из 20.

При правильном применении метода результаты испытаний в двух лабораториях могут превышать значение воспроизводимости (R) в среднем не более чем в одном случае из 20.

Данные испытаний приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значение повторяемости и воспроизводимости

Тип никотина	Средняя чистота никотина, %	Повторяемость, r	Воспроизводимость, R
Чистый (> 99 %)	98,8	2,2	3,8
Частично разложившийся	96,7	1,6	3,2

Для расчета r и R использовали каждый результат определения, полученный при однократном анализе.

Примечание — Если воспроизводимость R рассчитывается на основании среднего значения из пяти параллельных определений, то она будет составлять 2,9 для слегка разложившегося никотина и 3,3 для чистого никотина.

9 Отчет о проведении испытаний

В отчете должна быть ссылка на использованный метод и приведены результаты испытаний. В нем должны быть указаны все условия испытаний, не предусмотренные данным стандартом и могущие повлиять на результат.

В отчете приводятся все сведения, необходимые для идентификации образца для испытаний.

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта ГОСТ 32175—2013 (ISO 13276:1997)		Структура международного стандарта ISO 13276:1997	
раздел	пункт	раздел	подраздел
1		1	
2	—	—	—
3	—	2	—
4	*4.1*	3	—
	4.2		3.1
	4.3		3.2
	4.4		3.3
	4.5		3.4
5		4	
6	—	5	—
7	—	6	—
8	—	7	—
9	—	8	—
Приложение ДА Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта			
—		Библиография	

Примечания

1 В настоящий стандарт включен раздел 2 «Нормативные ссылки», поэтому номера разделов 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 международного стандарта изменены на 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 настоящего стандарта.

2 В раздел 4 настоящего стандарта внесен дополнительный пункт 4.5.

3 В настоящий стандарт внесено дополнительное приложение ДА в соответствии с требованиями, установленными к оформлению межгосударственного стандарта, модифицированного по отношению к международному стандарту ИСО.

4 Из настоящего стандарта исключен структурный элемент «Библиография».

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160

Ключевые слова: табак и табачные изделия, чистота никотина, гравиметрический метод, кремневольфрамовая кислота, табак, фильтрование, повторяемость, воспроизводимость, отчет о проведении испытаний

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 12.05.2020. Подписано в печать 25.06.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Арнал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru