ГОСТ Р 51973—2002
(ИСО 10362-1—99)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сигареты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В КОНДЕНСАТЕ ДЫМА

Метод газовой хроматографии

Издание официальное

БЗ 7—2002/101

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским НИИ табака, махорки и табачных изделий

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 153 «Табак и табачные изделия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 10 декабря 2002 г. № 456-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой, кроме разделов 2 и 5, полный аутентичный текст ИСО 10362-1:1999 «Сигареты. Определение содержания воды в конденсатах дыма. Часть 1. Метод газовой хроматографии» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания 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 Применение настоящего метода в сочетании с методом определения содержания никотина 4
Приложение Б Библиография 4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сигареты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В КОНДЕНСАТЕ ДЫМА

Метод газовой хроматографии

Cigarettes. Determination of water content in smoke condensate. Gas-chromatographic method

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод газовой хроматографии для определения воды в конденсате дыма сигарет. Прокуривание сигарет и сбор главной струи дыма проводят в соответствии с ГОСТ Р 51976. Данный метод применим и к определению воды в конденсате дыма, полученном нестандартным прокуриванием, а также в сочетании с методом определения содержания никотина (приложение А).

Примечание — В странах, где нет возможности использовать метод газовой хроматографии, определение содержания воды в конденсате дыма должно проводиться методом Карла Фишера по ГОСТ 30622.2. Указание на использование этого метода должно быть отражено в протоколе испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

ГОСТ 30622.2—98 (ИСО 10362-2—1995) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод Карла Фишера

ГОСТ Р 51974—2002 (ИСО 10315—2000) Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

ГОСТ Р 51976—2002 (ИСО 4387—2000) 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, содержащем внутренний стандарт. 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 [1] или азот по ГОСТ 9293.

4.2 2-пропанол с максимальным содержанием воды 1,0 мг/см^3.

4.3 Внутренний стандарт — этанол или метанол (степень чистоты не менее 99 %).

4.4 Экстрагирующий растворитель — 2-пропанол (4.2), содержащий 5,0 см^3 внутреннего стандарта (4.3) на 1 дм^3.

Растворитель перед применением должен быть выдержан в лабораторных условиях при (22 ± 2) °С.

4.5 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Издание официальное

4.6 Калибровочные растворы

Готовят четыре калибровочных раствора, концентрация воды в которых должна включать ожидаемое содержание воды в анализируемой пробе (обычно до 4 мг/см^3). Для этого определенные 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 для воды, а сосуды с растворами должны быть герметично закрыты. Сосуды с растворами перед применением тщательно встряхивают для обеспечения гомогенности. Калибровочные растворы готовят из одной и той же партии экстрагирующего растворителя по 6.1.

Калибровочные растворы рекомендуется готовить еженедельно.

5 Аппаратура

5.1 Газовый хроматограф с детектором теплопроводности, самописцем и интегратором или другим регистрирующим устройством.

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

5.2 Колонка с внутренним диаметром от 2 до 4 мм и длиной от 1,5 до 2 м. Стационарная фаза: Порапак Q с зернением (150 — 190) мкм. Колонка должна быть изготовлена из дезактивированной нержавеющей стали или другого материала, например стекла или никеля. Возможно использование других стационарных фаз — Порапак QS или Хромосорб 102.

5.3 Дозирующая система, предпочтительно автоматическая, способная дозировать необходимый объем экстрагирующего растворителя (4.4).

Дозирующую систему перед использованием промывают не менее чем 50 см^3 растворителя, который в дальнейшем не используют.

6 Методика испытаний

6.1 Проба для анализа

Пробу для анализа готовят, растворяя конденсат дыма, полученный при прокуривании определенного количества сигарет по ГОСТ Р 51976 в 20 см^3 экстрагирующего растворителя (4.4) для фильтра диаметром 44 мм или в 50 см^3 экстрагирующего растворителя для фильтра диаметром 92 мм. Фильтры должны быть полностью погружены в растворитель. Объем растворителя может быть изменен для получения концентрации воды, соответствующей калибровочному графику по 6.3.

6.2 Подготовка прибора

Готовят и приводят в действие газовый хроматограф (5.1) в соответствии с инструкцией изготовителя. При этом необходимо убедиться, что на хроматограмме пики воды, внутреннего стандарта и растворителя хорошо разделены. Время анализа — около 4 мин. Готовят прибор непосредственно перед испытанием путем введения в качестве активатора аликвотной пробы экстрагирующего растворителя объемом 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 пробы	0,002 см^3.

Примечание — Если чувствительность детектора достаточна высокая, то в качестве газа-носителя можно использовать азот.

6.3 Калибровка газового хроматографа

В газовый хроматограф вводят по очереди аликвотные пробы объемом 0,002 см^3 каждого калибровочного раствора (4.6). Записывают хроматограммы воды и внутреннего стандарта, с которых считывают площади или высоты пиков воды и внутреннего стандарта (4.3). Определения проводят минимум два раза.

Рассчитывают отношение площадей (или высот) пиков воды и внутреннего стандарта для каждого калибровочного раствора, включая чистый растворитель. Строят график зависимости концентрации воды и отношений площадей или пиков воды и внутреннего стандарта и рассчитывают уравнение линейной регрессии на основании этих данных.

Калибровку проводят ежедневно. Аликвотную пробу калибровочного раствора средней концентрации вводят через каждые 20 определений. Если рассчитанная концентрация для этого раствора

отличается более чем на 5 % 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 прокуренных 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 (6.1) и холостых ловушек (6.4) вводят в газовый хроматограф.

Рассчитывают отношение площадей (или высот) пиков воды и внутреннего стандарта.

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

Примечание — Если результаты испытаний получены по отдельным каналам прокуривания и использовался автоматический пробоотборник, то представительной считают любую аликвоту из ловушки для дыма.

7 Обработка результатов

Концентрацию воды в экстрактах ловушки для дыма и холостой ловушки рассчитывают, используя калибровочный график или уравнение линейной регрессии (6.3).

Содержание воды в конденсате дыма m_W, мг на сигарету, рассчитывают по формуле

$$m_W = \frac{p_{WS} - p_{WB}}{q} \cdot V_{ES}, \quad (1)$$

где p_{WS} — концентрация воды в ловушке для дыма, мг/см^3;

p_{WB} — концентрация воды в холостой ловушке, мг/см^3;

q — количество сигарет, прокуренных в ловушку для дыма, шт.;

V_{ES} — объем экстрагирующего растворителя, в котором растворили содержимое ловушек для дыма, см^3.

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

8 Сходимость и воспроизводимость

Исследования, проведенные в 1990 г. на шести пробах с участием 30 лабораторий при прокуривании сигарет в соответствии с ГОСТ Р 51976, 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 из 20 случаев.

Результаты, полученные двумя лабораториями с равноценными пробами, могут отличаться один от другого на значение, превышающее воспроизводимость R в среднем не чаще одного раза из 20 случаев при нормальном и правильном выполнении метода.

Результаты исследований приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значение сходимости и воспроизводимости

В миллиграммах

Среднее значение содержания воды	Сходимость r	Воспроизводимость R
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 на сигарету, 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
(справочное)

Применение настоящего метода в сочетании с методом определения содержания никотина

Настоящий метод может быть применен в сочетании с методом определения содержания никотина в конденсате дыма по ГОСТ Р 51974. Это может быть выполнено следующим образом:

- добавляют в экстракционный растворитель по 4.4 соответствующее количество внутреннего стандарта, предназначенного для определения содержания никотина;
- аликвоту раствора конденсата дыма вводят в колонку для определения содержания никотина, соединенную с пламенно-ионизационным детектором, а также в колонку и детектор для определения содержания воды методом, описанным в настоящем стандарте.

Одновременное автоматическое определение содержания никотина и воды может быть проведено с помощью как раздельного ввода, так и с помощью автоматического пробоотборника с двумя позициями ввода. Если содержание никотина и воды последовательно определяют в одной и той же пробе, то определение содержания воды должно быть первым во избежание абсорбции воды, что может повлиять на конечный результат.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 51-940-80 Гелий газообразный (сжатый) очищенный марки А

УДК 663.974.001.4:006.354 ОКС 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 *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.01.2003. Подписано в печать 22.01.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 200 экз. С 9455. Зак. 57.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru