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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
35068—
2024**

ТАБАК НАГРЕВАЕМЫЙ, ИЗДЕЛИЯ С БЕСТАБАЧНОЙ СМЕСЬЮ, ЖИДКОСТИ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СИСТЕМ ДОСТАВКИ НИКОТИНА, НИКОТИНСОДЕРЖАЩИЕ ИЗДЕЛИЯ ОРАЛЬНОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ (НИКПЭКИ), БЕСТАБАЧНЫЕ СМЕСИ ДЛЯ НАГРЕВАНИЯ

Определение никотина в наполнителе

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий» (ФГБНУ ВНИИТТИ)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 марта 2024 г. № 171-П)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 мая 2024 г. № 577-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35068—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 Термины и определения 2
4 Сущность методов 2
5 Реактивы 2
6 Аппаратура 3
7 Отбор проб 4
8 Методы испытаний 4
9 Протокол испытаний 4
Приложение А (обязательное) Определение массовой доли никотина в наполнителях нагреваемого табака и изделий с бестабачной смесью 6
Приложение Б (обязательное) Определение массовой концентрации никотина в наполнителях жидкостей для электронных систем доставки никотина 9
Приложение В (обязательное) Определение массовой доли никотина в наполнителе никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках) 13
Приложение Г (обязательное) Определение массовой доли никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания 16
Библиография 18

Поправка к ГОСТ 35068—2024 Табак нагреваемый, изделия с бестабачной смесью, жидкости для электронных систем доставки никотина, никотинсодержащие изделия орального потребления (НИКПЭКИ), бестабачные смеси для нагревания. Определение никотина в наполнителе

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 10 2024 г.)

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 НАГРЕВАЕМЫЙ, ИЗДЕЛИЯ С БЕСТАБАЧНОЙ СМЕСЬЮ, ЖИДКОСТИ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СИСТЕМ ДОСТАВКИ НИКОТИНА, НИКОТИНСОДЕРЖАЩИЕ ИЗДЕЛИЯ ОРАЛЬНОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ (НИКПЭКИ), БЕСТАБАЧНЫЕ СМЕСИ ДЛЯ НАГРЕВАНИЯ

Определение никотина в наполнителе

Heated tobacco, products with tobacco-free mix, liquids for electronic nicotine delivery systems, nicotine-containing oral products (nikpacks), tobacco-free mix for heating. Determination of nicotine in filler

Дата введения — 2025—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения массовой доли и массовой концентрации никотина в наполнителях таких изделий, как нагреваемый табак, изделия с бестабачной смесью, жидкости для электронных систем доставки никотина, никотинсодержащие изделия орального потребления (никпэки)[1)] и бестабачные смеси для нагревания.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2184 Кислота серная техническая. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709[2)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20903 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

[1)] В соответствии с частью 8 статьи 19 Федерального закона от 23 февраля 2013 г. № 15-ФЗ «Об охране здоровья граждан от воздействия окружающего табачного дыма, последствий потребления табака или потребления никотинсодержащей продукции» в Российской Федерации запрещается оптовая и розничная торговля никотинсодержащей продукцией, предназначенной для жевания, сосания, нюханья.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ ISO 3696[1)] Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по нормативным правовым актам и техническим регламентам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

4 Сущность методов

4.1 Для определения массовой доли и массовой концентрации никотина в наполнителях нагреваемого табака, изделий с бестабачной смесью, жидкостей для электронных систем доставки никотина, никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках) используют метод, основанный на извлечении никотина из изделий путем экстракции гексаном и последующем количественном определении массовой доли никотина методом газовой хроматографии.

4.2 Для определения массовой доли никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания используют метод, основанный на перегонке с водяным паром в сильном щелочном растворе с дальнейшим определением массовой доли никотина спектрофотометрическим методом.

5 Реактивы

5.1 Используют только реагенты признанного аналитического класса.

Для определения никотина в наполнителях нагреваемого табака, изделий с бестабачной смесью, жидкостей для электронных систем доставки никотина, никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках) методом газовой хроматографии используют следующие реактивы.

5.1.1 Газ-носитель: гелий (CAS: 7440-59-7) или азот (CAS: 7727-37-9) (степени чистоты не менее 99,995 %).

5.1.2 Дополнительные газы: воздух и водород (CAS: 1333-74-0) высокой степени чистоты (для пламенно-ионизационного детектора).

5.1.3 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696.

Примечание — Допускается также использование деионизированной воды при определении никотина в наполнителях жидкостей для электронных систем доставки никотина и никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках).

5.1.4 Внутренний стандарт: н-гептадекан (CAS: 629-78-7) или хинальдин (CAS: 91-63-4) (степень чистоты не менее 98 %).

5.1.5 Гексан (CAS: 110-54-3), х. ч.

5.1.6 Гидроокись натрия по ГОСТ 4328.

5.1.7 Стандартное вещество: никотин салицилат (CAS: 29790-52-1) (степень чистоты не менее 98 %) или никотин (CAS: 54-11-5) (степень чистоты не менее 98 %).

5.2 Для определения никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания спектрофотометрическим методом используют следующие реактивы.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

5.2.1 Гидроокись натрия по ГОСТ 4328.

5.2.2 Хлористый кальций, прокаленный, по ГОСТ 450.

5.2.3 Хлористый натрий по ГОСТ 4233.

5.2.4 Концентрированная серная кислота (H_2SO_4) по ГОСТ 2184.

5.3 Допускается применение других реактивов, по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Аппаратура

6.1 Для проведения испытаний при определении никотина в наполнителях нагреваемого табака, изделий с бестабачной смесью, жидкостей для электронных систем доставки никотина, никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках) допускается использовать следующее оборудование.

6.1.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, записывающим устройством или интегратором.

6.1.2 Насадочная или капиллярная колонка, позволяющая качественно разделять пики внутреннего стандарта, никотина и других сопутствующих компонентов.

6.1.3 Электромеханический встряхиватель.

6.1.4 Аналитические лабораторные весы с ценой деления 0,1 мг.

6.1.5 Микрошприц на 10 мм^3 типа МШ-10 или аналогичный.

6.1.6 Конические колбы со шлифом вместимостью 100, 250 см^3 по ГОСТ 25336 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.1.7 Мерные колбы со шлифом вместимостью 10, 50, 1000 см^3 по ГОСТ 1770 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.1.8 Мерные пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 см^3 по ГОСТ 29227 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.1.9 Мерные пробирки с притертыми пробками на 15—20 см^3 по ГОСТ 1770 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.1.10 Пипетки-дозаторы по ГОСТ 28311 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.1.11 Пикнометр объемом 5 или 10 см^3.

6.2 Для проведения испытаний при определении никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания допускается использовать следующее оборудование.

6.2.1 Мерные пипетки вместимостью 5 см^3, 10 см^3 по ГОСТ 29227 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.2.2 Спектрофотометр с диапазоном волн 230—290 нм.

6.2.3 Кюветы кварцевые с оптической длиной 1 см по ГОСТ 20903 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.2.4 Стеклянный жидкостный термометр по ГОСТ 28498 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.2.5 Мерные колбы с притертой пробкой вместимостью 100, 250, 1000 см^3 отвечающие требованиям класса А, по ГОСТ 25336 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.2.6 Мерный цилиндр с пришлифованной пробкой 250 см^3 по ГОСТ 1770 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.2.7 Прибор для перегонки с водяным паром.

6.2.8 Эксикатор по ГОСТ 25336 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.3 Допускается применение других средств измерений, аппаратуры, вспомогательного оборудования и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения.

7 Отбор проб

Отбор проб проводит обученный отборщик проб, который может быть уполномоченным лицом от органа по сертификации или испытательной лаборатории или изготовителя (импортера/поставщика). Методы отбора проб приведены в приложениях А—Г.

8 Методы испытаний

8.1 Испытания проводят при температуре окружающей среды (22 ± 5) °С.

8.2 Определение массовой доли никотина в наполнителях нагреваемого табака и изделий с бестабачной смесью

Определение массовой доли никотина в наполнителях нагреваемого табака и изделий с бестабачной смесью выполняют в соответствии с приложением А.

8.3 Определение массовой концентрации никотина в наполнителях жидкостей для электронных систем доставки никотина

Определение массовой концентрации никотина в наполнителях жидкостей для электронных систем доставки никотина выполняют в соответствии с приложением Б.

8.4 Определение массовой доли никотина в наполнителе никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках)

Определение массовой доли никотина в наполнителе никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках) выполняют в соответствии с приложением В.

8.5 Определение массовой доли никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания

Определение массовой доли никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания выполняют в соответствии с приложением Г.

9 Протокол испытаний

9.1 Протокол испытаний должен отражать данные об использованных методах и полученные результаты. В нем необходимо указать все данные, которые могли бы повлиять на полученные результаты. Протокол испытаний должен включать все детали для точной идентификации пробы. Информацию, приведенную в пунктах а)—г), при необходимости отражают в протоколе:

а) характеристика изделия.

Следует указывать сведения, достаточные для идентификации вида изделия:

1) наименование изготовителя и страну изготовителя,
2) вид изделия,
3) наименование изделия,
4) указание по массовой доле или концентрации никотина;

б) сведения об отборе проб:

1) дата отбора проб,
2) ФИО, организация, должность, кем отобраны пробы (при необходимости);

в) описание метода испытаний:

1) ссылка на настоящий стандарт,
2) дата проведения испытаний;

г) результаты испытаний.

9.2 Выражение лабораторных данных зависит от цели исследования, а также от уровня оснащенности лабораторий. На основании лабораторных данных рассчитывают доверительный интервал, прежде чем будет проведено округление данных. Подробная информация должна включать следующие данные:

- массовая доля никотина в наполнителях нагреваемого табака и изделий с бестабачной смесью выражается в миллиграммах на грамм (мг/г) с точностью до 1 мг/г;

- массовая концентрация никотина в жидкостях для электронных систем доставки никотина (жидкой смеси) выражается в миллиграммах на сантиметр кубический (мг/см^3) с точностью до 1 мг/см^3;

- массовая доля никотина в наполнителе никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках) выражается в процентах (%) с точностью до 0,1 %, или в миллиграммах на грамм (мг/г) с точностью до 1 мг/г, или в миллиграммах на изделие (мг/изделие) с точностью до 1 мг/изделие;

- массовая доля никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания выражается в процентах (%) с точностью до 0,1 %.

Приложение А
(обязательное)

Определение массовой доли никотина в наполнителях нагреваемого табака и изделий с бестабачной смесью

А.1 Отбор проб

От партии случайным образом отбирают три ящика (единиц транспортной упаковки), если партия не более 280 ящиков (единиц транспортной упаковки) и пять ящиков, если партия более 280 ящиков (единиц транспортной упаковки). Из выборки произвольно отбирают не менее 300 изделий из нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью в потребительской упаковке без ее вскрытия таким образом, чтобы в пробе были равномерно представлены изделия из всех ящиков (единиц транспортной упаковки). Данная проба и представляет собой лабораторную пробу. Из лабораторной пробы по принципу случайности отбирают пробы для испытания по определению массовой доли никотина в наполнителе нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью.

А.2 Условия хроматографирования

Условия хроматографирования должны обеспечивать качественное разделение пиков внутреннего стандарта, никотина и других сопутствующих компонентов. Критерием разделения двух соседних пиков является разрешение R_S. Разделение считается полным, если $R_S \geq 1,5$.

Рекомендуемые условия хроматографирования для капиллярной колонки:

- длина колонки — 30 м, диаметр — 0,320 мм, толщина пленки фазы — 1,8 мкм;
- стационарная фаза — DB ALC1;
- температура колонки — 100 °С (1 мин), 15 °С/мин до 130 °С, 40 °С/мин до 220 °С (10 мин);
- температура инжектора — 250 °С;
- температура детектора — 275 °С;
- расход газов: газ-носитель — гелий — 20 см^3/мин;
  водород — 20 см^3/мин;
  воздух — 200 см^3/мин.

Длительность анализа — 15 мин.

Примечание — Условия хроматографирования допускается изменять с целью улучшения разделения компонентов смеси.

А.3 Подготовка к испытаниям

А.3.1 Приготовление рабочих растворов

А.3.1.1 Экстрагирующий раствор (экстрагент)

Навеску внутреннего стандарта хинальдина или н-гептадекана (0,500 г), взвешивают с точностью до 0,1 мг, количественно переносят в мерную колбу на 1000 см^3 с помощью гексана, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают.

Экстрагирующий раствор в случае необходимости хранят не более 30 дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

А.3.1.2 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 8 моль/дм^3

Навеску гидроокиси натрия массой 320 г растворяют в дистиллированной воде или воде для лабораторного анализа в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, после остывания раствора его доводят до метки дистиллированной водой или водой для лабораторного анализа и перемешивают.

Раствор NaOH хранят в помещении с температурой окружающего воздуха от 15 °С до 25 °С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, до 6 мес.

А.3.1.3 Исходный стандартный раствор никотина (концентрация 2,5 мг/см^3)

Навеску салицилата никотина 0,1852 г (или 100 мг никотина) взвешивают с точностью до 0,1 мг, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 дистиллированной воды или воды для лабораторного анализа, затем приливают 10 см^3 раствора гидроокиси натрия и 40 см^3 экстрагирующего раствора. Полученную двухфазную смесь встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение часа. После окончания встряхивания смесь оставляют до полного расслоения фаз, отделяют органическую фазу в сосуд из темного стекла с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой, которая хранится до хроматографирования.

Исходный стандартный раствор никотина в случае необходимости хранят не более пяти дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

А.3.1.4 Растворы для градуировки

В мерные колбы на 10 см^3 с притертыми пробками помещают соответствующее количество (0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см^3) исходного стандартного раствора никотина, содержимое пробирок доводят до 10 см^3 экстра-

гирующим раствором и тщательно перемешивают. Полученные растворы с содержанием никотина 0,0000; 0,0625; 0,1250; 0,2500; 0,5000; 0,1000 и 1,5000 мг/см^3 используют для установления градуировочной зависимости. Объемы и концентрации растворов могут быть изменены при необходимости с сохранением точности.

Растворы для градуировки в случае необходимости хранят в темном месте не более семи дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

Рабочие растворы, хранившиеся при низкой температуре, перед использованием уравновешивают до температуры окружающей среды (22 ± 2) °С.

А.3.2 Построение градуировочного графика

Аликвотную часть (1 мм^3) каждого градуировочного раствора вводят в газовый хроматограф. Регистрируют площади (или высоты) пиков никотина и внутреннего стандарта. Измерение каждого градуировочного раствора проводят минимум два раза.

Построение градуировочного графика выполняют в соответствии с инструкцией и программой используемого хроматографа. Градуировочный график должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат. Построенный градуировочный график считают приемлемым, если значение коэффициента корреляции составляет не менее 0,95. Если коэффициент корреляции составляет менее 0,95, устраняют причины, приведшие к невыполнению данного условия, и повторяют построение градуировочного графика.

А.3.3 Подготовка пробы для анализа

Из пробы для испытаний готовят две параллельные пробы для измерений. Из изделий извлекают наполнитель. Навеску наполнителя нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью массой 0,5 г взвешивают с точностью до 0,1 мг и помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды или воды для лабораторного анализа, затем приливают 5 см^3 раствора натрия гидроокиси и 20 см^3 экстрагирующего раствора. Полученную двухфазную смесь встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение часа. После окончания встряхивания смесь оставляют до полного расслоения фаз. Часть верхней органической (гексановой) фазы (1—2 см) с помощью пипетки-дозатора переносят в виалу из темного стекла, а затем хроматографируют.

При необходимости хранят образец не более 24 ч при температуре от 0 °С до 4 °С в защищенном от света месте.

А.3.4 Проведение газохроматографического анализа

Аликвотную пробу экстракта (1 мм^3) вводят в испаритель (инжектор) газового хроматографа. По окончании испытаний (измерений) получают данные о концентрации никотина в анализируемой пробе (мг/см^3), определенной по градуировочному графику или уравнению регрессии. Если содержание никотина в наполнителе нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью является крайним для градуировочного графика, навеску пробы уменьшают или увеличивают так, чтобы получить значение, находящееся внутри градуировочного графика.

А.3.5 Обработка результатов

Массовую долю никотина X, мг/г, в образце нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m}, \qquad (А.1)$$

где C — концентрация никотина, определенная по градуировочному графику или уравнению регрессии, мг/см^3;

V — объем экстрагирующего раствора (экстрагента), добавленный к образцу нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью, см^3 (20 см^3);

m — масса навески пробы нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений с точностью до 1 мг/г. Для безникотиновых изделий за окончательный результат принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений с точностью до 0,1 мг/г.

А.3.6 Повторяемость и воспроизводимость

Относительное расхождение, выраженное в процентах, между двумя результатами определения, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени, не должно превышать значение предела повторяемости r. Относительное расхождение, выраженное в процентах, между результатами определения, полученными двумя лабораториями с однородными пробами нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью, не должно превышать значение предела воспроизводимости R.

Значения пределов повторяемости r и воспроизводимости R приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Значения пределов повторяемости *r* и воспроизводимости *R*

Диапазон измерений массовой доли никотина в наполнителе нагреваемого табака или изделий с бестабачной смесью, мг/г	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) *r*, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) *R*, %
От 5,0 до 20,0 включ.	3,0	6,0

Приложение Б
(обязательное)

Определение массовой концентрации никотина в наполнителях жидкостей для электронных систем доставки никотина

Б.1 Отбор проб

От партии случайным образом отбирают 10 единиц транспортной упаковки (коробок). Если партия состоит менее чем из 10 коробок, в выборку включают все коробки.

Из выборки для формирования лабораторной пробы в количестве не менее 20 единиц из каждой коробки отбирают случайным образом по две единицы продукции в потребительской упаковке. Если количество коробок в выборке меньше 10, отбирают из всех коробок продукцию до достижения 20 единиц, соблюдая принцип случайности. В случае если 20 единиц продукции недостаточно для проведения всех испытаний, количество единиц в лабораторной пробе увеличивают с соблюдением принципов отбора.

Из лабораторной пробы по принципу случайности отбирают пробы для испытаний по определению массовой концентрации никотина в наполнителе жидкостей для электронных систем доставки никотина — жидкой смеси.

Б.2 Условия хроматографирования

Условия хроматографирования должны обеспечивать качественное разделение пиков внутреннего стандарта, никотина и других сопутствующих компонентов. Критерием разделения двух соседних пиков является разрешение R_S. Разделение считается полным, если $R_S \geq 1,5$.

Б.2.1 Рекомендуемые условия хроматографирования для насадочной колонки:

- длина колонки — 2,0 м, внутренний диаметр — 3 мм;
- стационарная фаза: 10 %-ный Carbowax 20 M (или полиэтиленгликоль 20 000) с 2 %-ным гидроксидом калия на Chromation N-AW (или Хроматон) с зернением 80—100 меш;
- температура колонки — 170 °С;
- температура инжектора — 250 °С;
- температура детектора — 250 °С;
- расход газов: газ-носитель — гелий — 40 $см^3$/мин;
  водород — 30 $см^3$/мин;
  воздух — 200 $см^3$/мин.

Длительность анализа — 10 мин.

Б.2.2 Рекомендуемые условия хроматографирования для капиллярной колонки:

- длина колонки — 60 м, диаметр — 0,320 мм, толщина пленки фазы — 0,25 мкм;
- стационарная фаза — DB WAX;
- температура колонки — 155 °С;
- температура инжектора — 300 °С;
- температура детектора — 300 °С;
- расход газов: газ-носитель — азот — 8 $см^3$/мин;
  водород — 30 $см^3$/мин;
  воздух — 300 $см^3$/мин.

Длительность анализа — 10 мин.

Б.2.3 Альтернативные хроматографические колонки:

а) насадочные колонки могут быть стеклянными, стальными или никелевыми длиной от 1,5 до 2 м с внутренним диаметром от 2 до 4 мм. Стационарные фазы:

1) 2 %-ный Версамид 900 плюс с 1 %-ным гидроксидом калия, или
2) 7 %-ный полиэтиленгликоль 20 000 с 3 %-ным полифениловым эфиром (шестичленным), или
3) 7 %-ный полиэтиленгликоль 20 000 (с обработкой или без обработки гидроксидом калия);

б) капиллярные колонки длиной от 15 до 50 м с внутренним диаметром от 0,2 до 0,53 мм с толщиной пленки от 1 до 100 мкм. Стационарные фазы: CP-Sil 8 CB, DB-17, DB-ALC1.

Примечание — Условия хроматографирования могут быть изменены с целью улучшения разделения компонентов смеси.

Б.3 Подготовка к испытаниям

Б.3.1 Приготовление рабочих растворов

Б.3.1.1 Экстрагирующий раствор (экстрагент)

Навеску внутреннего стандарта хинальдина или н-гептадекана (0,500 г), взвешивают с точностью до 0,1 мг, количественно переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$ с помощью гексана, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают.

Экстрагирующий раствор в случае необходимости хранят не более 30 дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

Б.3.1.2 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = 8 моль/$дм^3$

Навеску гидроокиси натрия массой 320 г растворяют в дистиллированной воде или воде для лабораторного анализа в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, после остывания раствора его доводят до метки дистиллированной водой или водой для лабораторного анализа и перемешивают.

Раствор NaOH хранят в помещении с температурой окружающего воздуха от 15 °С до 25 °С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, до 6 мес.

Б.3.1.3 Исходный стандартный раствор никотина (концентрация 2,5 мг/$см^3$)

Навеску салицилата никотина 0,1852 г (или 100 мг никотина) взвешивают с точностью до 0,1 мг, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ дистиллированной воды или воды для лабораторного анализа, затем приливают 40 $см^3$ экстрагирующего раствора и 10 $см^3$ раствора натрия гидроокиси. Полученную двухфазную смесь встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение часа. После окончания встряхивания смесь оставляют до полного расслоения фаз, отделяют органическую фазу в сосуд из темного стекла с притертой пробкой или с завинчивающейся крышкой, который хранится до хроматографирования.

Исходный стандартный раствор никотина в случае необходимости хранят не более пяти дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

Б.3.1.4 Растворы для градуировки

В мерные колбы на 10 $см^3$ с притертыми пробками помещают различные количества (0,00; 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00 $см^3$) исходного стандартного раствора никотина, содержимое пробирок доводят до 10 $см^3$ экстрагирующим раствором и тщательно перемешивают. Полученные растворы с содержанием никотина 0,0000; 0,0625; 0,1250; 0,2500; 0,5000 и 1,0000 мг/$см^3$ используют для построения градуировочного графика. Объемы и концентрации растворов могут быть при необходимости изменены с сохранением точности.

Растворы для градуировки в случае необходимости хранят в темном месте не более семи дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

Рабочие растворы, хранившиеся при низкой температуре, перед использованием уравновешивают до температуры окружающей среды (22 ± 2) °С.

Б.3.2 Построение градуировочного графика

Аликвотную часть (1 или 2 $мм^3$) каждого градуировочного раствора вводят в испаритель (инжектор) газового хроматографа. Регистрируют площади пиков (или высоты) никотина и внутреннего стандарта. Анализ каждого градуировочного раствора проводят минимум два раза.

Построение градуировочного графика выполняют в соответствии с инструкцией и программой используемого хроматографа. Градуировочный график должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат. Построенный градуировочный график считается приемлемым, если значение коэффициента корреляции составляет не менее 0,95. Если коэффициент корреляции составляет менее 0,95 устраняют причины, приведшие к невыполнению данного условия, и повторяют построение градуировочного графика.

Б.3.3 Подготовка пробы для анализа

Из пробы для испытаний (см. Б.1) готовят пробы для анализа. Упаковку продукции вскрывают, жидкую смесь сливают в одну емкость, перемешивают. Общий объем жидкой смеси должен быть достаточным для проведения определения плотности необходимое количество раз в зависимости от выбранного метода испытаний по Б.3.5.1 и приготовления двух параллельных проб для анализа, то есть не менее 25—30 $см^3$.

При необходимости анализируемую пробу хранят во флаконах из темного стекла с завинчивающимися крышками не более 24 ч в темном месте при температуре от 0 °С до 4 °С.

В случае если жидкая смесь находится в картриджах (капсулах) одноразового устройства электронной системы доставки никотина (ЭСДН) ее извлекают следующим образом: из пробы для испытаний по Б.1 готовят пробы для анализа. Корпуса ЭСДН вскрывают, извлекают картриджи, пропитанные жидкой смесью. Картриджи помещают в устройство поршневого типа (см. [1]). При нажатии на поршень и давлении на картриджи жидкую смесь сливают в одну емкость, перемешивают. После извлечения жидкой смеси картриджи из устройства поршневого типа вынимают пинцетом. Процедуру повторяют до достижения объема жидкой смеси, который должен быть достаточным для проведения определения плотности по Б.3.5.1 и приготовления двух параллельных проб для анализа, то есть не менее 25—30 $см^3$.

Примечания

1 Для извлечения жидкой смеси из картриджей одноразовых устройств ЭСДН могут быть использованы другие устройства поршневого типа, схожие по принципу действия, например медицинский шприц объемом 20 или 30 $см^3$.

2 Извлекать заправленный картридж (капсулу) с жидкостью из ЭСДН необходимо с особой осторожностью, так как внутренняя конструкция ЭСДН выполнена с применением тонких электрических проводов и содержит заряженный аккумулятор. При вскрытии корпуса ЭСДН для извлечения картриджа с жидкостью (капсулы) возможно повреждение проводов и/или заряженной аккумуляторной батареи, что в свою очередь может повлечь за собой электрическое замыкание, которое может привести к возгоранию (вплоть до взрыва аккумуляторной батареи).

Готовят две параллельные пробы для анализа: навеску жидкой смеси 1000 мг, взвешивают с точностью не более ±100 мг, помещают в коническую колбу с притертой пробкой (емкостью 100 см^3), приливают 10 см^3 дистиллированной воды или воды для лабораторного анализа, добавляют смесь 5 см^3 раствора гидроокиси натрия и 20 см^3 экстрагирующего раствора и встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение 1 ч. После окончания встряхивания колбы ее оставляют стоять для расслоения фаз. Часть верхней гексановой фазы (1—2 см^3) с помощью пипетки-дозатора переносят в виалы из темного стекла и хроматографируют по Б.3.4.

Б.3.4 Проведение газохроматографического анализа

Аликвотную пробу экстракта (1 или 2 мм^3) вводят в испаритель (инжектор) газового хроматографа. По окончании испытаний (измерений) получают данные о концентрации никотина в анализируемой пробе (мг/см^3), определенной по градуировочному графику или уравнению регрессии.

Если полученное значение концентрации никотина в растворе приготовленной пробы выходит за границы градуировочного графика, то навеску пробы следует подобрать таким образом, чтобы полученное значение концентрации соответствовало диапазону градуировочного графика.

Б.3.5 Обработка результатов

Б.3.5.1 Расчет плотности жидкой смеси

Плотность жидкой смеси ρ вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{M_{ср}}{V_1}, \qquad (Б.1)$$

где $M_{ср}$ — среднеарифметическое значение пяти определений массы равных (5 или 10 см^3) объемов жидкой смеси, г;

V_1 — объем жидкой смеси, см^3 (5 или 10 см^3).

Плотность жидкой смеси возможно рассчитать с использованием прибора для определения плотности с точностью не менее 0,01 г/см^3. В таком случае анализ повторяют не менее двух раз. Результат определения выражают в мг/см^3 с точностью до 0,01 мг/см^3. За окончательный результат принимается среднее арифметическое не менее двух параллельных определений с точностью до 0,1 мг/см^3.

Б.3.5.2 Расчет массовой концентрации никотина в жидкой смеси

Массовую концентрацию никотина в жидкой смеси N, мг/см^3, вычисляют по формуле

$$N = \frac{X \cdot V \cdot \rho}{P} \cdot 1000, \qquad (Б.2)$$

где X — концентрация никотина, определенная по градуировочному графику или уравнению регрессии, мг/см^3;

V — объем экстрагента, добавленный к жидкой смеси, см^3 (20 см^3);

P — навеска жидкой смеси, мг;

ρ — плотность жидкой смеси, г/см^3.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений с точностью до 0,1 мг/см^3. Для безникотиновых жидкостей для электронных систем доставки никотина за окончательный результат принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений с точностью до 0,01 мг/см^3.

Б.3.6 Повторяемость и воспроизводимость

При правильном применении метода разница между двумя результатами определения, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени, не должна превышать значение повторяемости r. Результаты определения, полученные двумя лабораториями с однородными пробами жидкостей, при правильном применении метода не должны превышать значение воспроизводимости R.

Значения пределов повторяемости r и воспроизводимости R приведены в таблице Б.1. В интервалах между средними значениями массовой концентрации никотина, приведенными в таблице Б.1, пределы повторяемости r и воспроизводимости R рассчитывают путем линейной интерполяции.

Таблица Б.1 — Значения пределов повторяемости *r* и воспроизводимости *R*

Среднее значение массовой концентрации никотина, мг/см^3	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) *r*, мг/см^3	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) *R*, мг/см^3
1,97	0,07	0,27
3,86	0,12	0,52
5,89	0,13	0,56
8,67	0,29	0,71
13,50	0,30	1,33

Приложение В
(обязательное)

Определение массовой доли никотина в наполнителе никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэках)

В.1 Отбор проб

От партии случайным образом отбирают пять единиц транспортной упаковки (коробов). Если партия состоит менее чем из пяти коробов, в выборку включают все короба.

Для формирования лабораторной пробы из каждого короба выборки отбирают случайным образом по четыре потребительские упаковки (или более) таким образом, чтобы общее количество потребительских упаковок было не менее 20.

В случае если 20 потребительских упаковок недостаточно для проведения испытания, аналогичным образом дополнительно отбирают необходимое количество единиц потребительской упаковки.

Потребительскую упаковку для составления лабораторной пробы вскрывают непосредственно перед проведением анализа по определению массовой доли никотина. Из лабораторной пробы по принципу случайности отбирают 100 изделий для определения средней массы одного изделия $M_{ср}$ (см. В.2) и взвешивают их одновременно.

В.2 Определение средней массы одного никотинсодержащего изделия орального потребления (никпэк)

В.2.1 Аппаратура

Лотки из белой жести: либо алюминиевые, либо из полимерных материалов.

В.2.2 Проведение испытаний

Из лабораторной пробы по В.1 произвольно отбирают пробу для испытаний, состоящую не менее чем из 100 изделий, высыпают в лоток и сразу же производят взвешивание на лабораторных весах.

В.2.3 Обработка результатов

Среднее значение массы одного никотинсодержащего изделия орального потребления (никпэка) $M_{ср}$, г, вычисляют по формуле

$$M_{ср} = \frac{M}{100}, \qquad (В.1)$$

где M — масса 100 никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэков), г.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака.

В.3 Условия хроматографирования

В.3.1 Условия хроматографирования должны обеспечивать качественное разделение пиков внутреннего стандарта, никотина и других коэкстрактивных веществ. Критерием разделения двух соседних пиков является разрешение R_S. Разделение считается полным, если $R_S \geq 1,5$.

В.3.2 Рекомендуемые условия хроматографирования для насадочной колонки:

- длина колонки — 2,0 м, внутренний диаметр — 3 мм;
- стационарная фаза: 10 %-ный Carbowax 20 M (или полиэтиленгликоль 20 000) с 2 %-ным гидроксидом калия на Chromation N-AW (или Хроматон) с зернением 80—100 меш;
- температура колонки — 170 °С;
- температура инжектора — 250 °С;
- температура детектора — 250 °С;
- расход газов: газ-носитель — гелий — 40 см^3/мин;
  водород — 30 см^3/мин;
  воздух — 200 см^3/мин.

Длительность анализа — 10 мин.

В.3.3 Рекомендуемые условия хроматографирования для капиллярной колонки:

- длина колонки — 60 м, диаметр — 0,320 мм, толщина пленки фазы — 0,25 мкм;
- стационарная фаза — DB WAX:
- температура колонки — 155 °С;

- температура инжектора — 300 °С;
- температура детектора — 300 °С;
- расход газов: газ-носитель — гелий — 30 $см^3$/мин;
  водород — 20 $см^3$/мин;
  воздух — 200 $см^3$/мин.

Длительность анализа — 15 мин.

В.3.4 Альтернативные хроматографические колонки:

а) насадочные колонки могут быть стеклянными, стальными или никелевыми длиной от 1,5 до 2 м с внутренним диаметром от 2 до 4 мм. Стационарные фазы:

1) 2 %-ный Версамид 900 плюс с 1 %-ным гидроксидом калия, или
2) 7 %-ный полиэтиленгликоль 20 000 с 3 %-ным полифениловым эфиром (шестичленным), или
3) 7 %-ный полиэтиленгликоль 20 000 (с обработкой или без обработки гидроксидом калия);

б) капиллярные колонки диной от 15 до 50 м с внутренним диаметром от 0,2 до 0,53 мм с толщиной пленки от 1 до 100 мкм. Стационарные фазы: CP-Sil 8 CB. DB-17, DB-ALC1.

Примечание — Условия хроматографирования допускается изменять с целью улучшения разделения компонентов смеси.

В.4 Подготовка к испытаниям

В.4.1 Приготовление рабочих растворов

В.4.1.1 Экстрагирующий раствор (экстрагент)

Навеску внутреннего стандарта хинальдина или н-гептадекана (0,500 г) количественно переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$ с помощью гексана, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают.

Экстрагирующий раствор в случае необходимости хранят не более 30 дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

В.4.1.2 Раствор натрия гидроокиси молярной концентрации $c(NaOH) = 8$ моль/$дм^3$

Навеску натрия гидроокиси массой 320 г растворяют в дистиллированной воде или воде для лабораторного анализа в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, после остывания раствора его доводят до метки дистиллированной водой или водой для лабораторного анализа и перемешивают.

Раствор NaOH хранят в помещении с температурой окружающего воздуха от 15 °С до 25 °С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, до 6 мес.

В.4.1.3 Исходный стандартный раствор никотина (концентрация 5,0 мг/$см^3$)

Навеску салицилата никотина 0,9260 г (или 500 мг никотина) взвешивают с точностью до 0,1 мг, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды или воды для лабораторного анализа, затем приливают 100 $см^3$ экстрагирующего раствора и 25 $см^3$ раствора натрия гидроокиси. Полученную двухфазную смесь встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение часа. После окончания встряхивания смесь оставляют до полного расслоения фаз, отделяют органическую фазу в склянку из темного стекла с притертой пробкой или с завинчивающейся крышкой, которая хранится до хроматографирования.

Исходный стандартный раствор никотина в случае необходимости хранят не более пяти дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

В.4.1.4 Растворы для градуировки

В мерные колбы на 50 $см^3$ с притертыми пробками помещают различные количества (0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$) исходного стандартного раствора никотина, содержимое колб доводят до 50 $см^3$ экстрагирующим раствором и тщательно перемешивают. Полученные растворы с содержанием никотина от 0,000 мг/$см^3$ до 0,800 мг/$см^3$ используют для построения градуировочного графика. При необходимости объемы и концентрации растворов допускается изменять.

Растворы для градуировки в случае необходимости хранят в темном месте не более семи дней при температуре от 0 °С до 4 °С.

Рабочие растворы, хранившиеся при низкой температуре, перед использованием уравновешивают до температуры окружающей среды (22 ± 2) °С.

В.4.2 Построение градуировочного графика

Аликвотную часть (1 или 2 $мм^3$) каждого градуировочного раствора вводят в испаритель (инжектор) газового хроматографа. Регистрируют площади пиков (или высоты) никотина и внутреннего стандарта. Анализ каждого градуировочного раствора проводят минимум два раза.

Построение градуировочного графика выполняют в соответствии с инструкцией и программой используемого хроматографа. Градуировочный график должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат. Построенный градуировочный график считается приемлемым, если значение коэффициента корреляции составляет не менее 0,95. Если коэффициент корреляции составляет менее 0,95, устраняют причины, приведшие к невыполнению данного условия, и повторяют построение градуировочного графика.

В.4.3 Подготовка пробы для анализа

Из пробы по В.1 отбирают два изделия, взвешивают и фиксируют массу пробы m. Готовят две параллельные пробы для анализа: изделие разрезают пополам, помещают содержимое и оболочку в коническую колбу с

притертой пробкой (емкостью 100 см^3), приливают 20 см^3 дистиллированной воды или воды для лабораторного анализа, 40 см^3 экстрагирующего раствора, добавляют в смесь 10 см^3 раствора гидроокиси натрия и встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение 1 ч. После окончания встряхивания колбы ее оставляют стоять для расслоения фаз. Часть верхней гексановой фазы (1—2 см^3) с помощью пипетки-дозатора переносят в виалы из темного стекла и хроматографируют по В.3.4.

В.4.4 Проведение газохроматографического анализа

Аликвотную пробу экстракта (1 или 2 мм^3) вводят в испаритель (инжектор) газового хроматографа. По окончании испытаний (измерений) получают данные о концентрации никотина в анализируемой пробе (мг/см^3), определенной по градуировочному графику или уравнению регрессии. Если значение массовой доли никотина в изделии является крайним для градуировочного графика, навеску пробы уменьшают или увеличивают так, чтобы получить значение, находящееся внутри градуировочного графика.

В.4.5 Обработка результатов

В.4.5.1 Массовую долю никотина X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m}, \quad \text{(В.2)}$$

где C — концентрация никотина, определенная по градуировочному графику или уравнению регрессии, мг/см^3;

V — объем экстрагента, добавленный к пробе, см^3 (40 см^3);

m — масса пробы, мг.

Значение массовой доли никотина выражают в процентах с точностью до 0,01 %.

В.4.5.2 Массовую долю никотина X, мг/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 1000}{m}, \quad \text{(В.3)}$$

где C — массовая концентрация никотина, определенная по градуировочному графику или уравнению регрессии, мг/см^3;

V — объем экстрагента, добавленный к пробе, см^3 (40 см^3);

m — масса пробы, мг.

Результат определения выражают в мг/г с точностью до 0,1 мг/г.

В.4.5.3 Массовую долю никотина Y, мг/изделие, вычисляют по формуле

$$Y = X \cdot M_{ср}, \quad \text{(В.4)}$$

где X — массовая доля никотина, мг/г;

$M_{ср}$ — средняя масса пробы, г (см. В.1).

Результат определения выражают в мг/изделие с точностью до 0,1 мг/изделие.

В.4.6 Повторяемость и воспроизводимость

Повторяемость и воспроизводимость метода определены в [2].

Относительное расхождение, выраженное в процентах, между двумя результатами определения, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени, не должно превышать значение предела повторяемости r. Относительное расхождение, выраженное в процентах, между результатами определения, полученными двумя лабораториями с однородными пробами никотинсодержащих изделий орального потребления (никпэков), не должно превышать значение предела воспроизводимости R.

Значения повторяемости r и воспроизводимости R приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 — Значения пределов повторяемости r и воспроизводимости R

Диапазон измерений массовой доли никотина никотинсодержащих изделий орального потребления, мг/г	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %
От 1,0 до 10,0 включ.	10	7
Св. 10,0 до 30,0 включ.	7	30

Приложение Г
(обязательное)

Определение массовой доли никотина в наполнителе бестабачной смеси для нагревания

Г.1 Отбор проб

От партии случайным образом отбирают 10 единиц транспортной упаковки (коробок). Если партия состоит менее чем из 10 коробок, в выборку включают все коробки.

Из выборки для формирования лабораторной пробы из каждой коробки отбирают случайным образом по две единицы продукции в потребительской упаковке. Если количество коробок в выборке меньше 10, отбирают из всех коробок продукцию до достижения 20 единиц, соблюдая принцип случайности. В случае если 20 единиц продукции недостаточно для проведения всех испытаний, количество единиц в лабораторной пробе увеличивают с соблюдением принципов отбора. Из лабораторной пробы по принципу случайности отбирают две пробы для испытаний по определению массовой доли никотина.

Определение массовой доли никотина наполнителя проводится непосредственно после вскрытия потребительской упаковки.

Г.2 Определение массовой доли никотина

Г.2.1 Подготовка реактивов

8N раствор NaOH: в мерную колбу на 1000 $см^3$ вносят дистиллированную воду (примерно 300 $см^3$) и количественно добавляют (осторожно) навеску гидроокиси натрия NaOH массой 320 г, перемешивают до растворения, после остывания раствора доводят объем дистиллированной водой до метки;

2N H_2SO_4: в мерную колбу на 1000 $см^3$ в дистиллированную воду (500—600 $см^3$) вносят 56 $см^3$ концентрированной серной кислоты (плотность 1,830—1,835 $г/см^3$) и перемешивают. При необходимости допускается использовать готовую 2N H_2SO_4.

Контрольный раствор готовят, разбавляя 10 $см^3$ раствора серной кислоты (2N H_2SO_4) дистиллированной водой до метки в мерной колбе на 250 $см^3$.

Растворы хранят в помещении с температурой окружающего воздуха от 15 °С до 25 °С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, до 6 мес.

Примечание — При хранении растворов перед их использованием следует следить, чтобы не было помутнения, хлопьев, осадка. В противном случае раствор заменяют свежеприготовленным.

Г.2.2 Проведение анализа

Пробы для анализа по 0,2 г отбирают из тщательно перемешанной пробы для испытаний и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Пробу для анализа (0,2 г) переносят в перегонную колбу аппарата, добавляют 20—25 г хлористого натрия, приливают 25 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия (8N раствор NaOH) (количество хлористого натрия должно быть таким, чтобы осталось небольшое количество нерастворенной соли в конце перегонки).

Смесь перегоняют в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, содержащую 10 $см^3$ раствора серной кислоты (2N H_2SO_4). Собирают 235—245 $см^3$ дистиллята.

Отмеряют 230 $см^3$ в мерный цилиндр (объемом 250 $см^3$) и доливают дистиллированной водой до метки (V_1 = 250 $см^3$), перемешивают.

Скорость перегонки должна составлять 10—12 $см^3$ дистиллята в минуту. Уровень жидкости в перегонной колбе не должен изменяться во время перегонки (при необходимости осуществляют дополнительное нагревание).

При необходимости готовый дистиллят хранят не более суток при температуре от 0 °С до 4 °С в защищенном от света месте.

Из мерного цилиндра (колбы) пипеткой отбирают часть дистиллята. Аликвоту объемом 4,0—4,5 $см^3$ помещают в кювету.

На спектрофотометре измеряют оптическую плотность дистиллята при длине волн 236, 259 и 282 нм относительно контрольного раствора, приготовленного по Г.2.1.

Для точности анализа проводят два независимых определения в одинаковых условиях.

Г.2.3 Обработка результатов измерений

Откорректированное значение спектральной поглощающей способности дистиллята А вычисляют согласно полученным данным по формуле

$$A = 1{,}059 \cdot (A_{259} - \frac{A_{236} + A_{282}}{2}), \quad (Г.1)$$

где A_{236}, A_{259} и A_{282} — значения оптической плотности, полученные при длинах волн 236, 259, 282 нм.

Массовую долю никотина N, %, вычисляют по формуле

$$N = \frac{100 \cdot A \cdot V_1}{a \cdot L \cdot m}, \quad (Г.2)$$

где a — коэффициент поглощения никотина 34,3 (при максимуме поглощения 259 нм);

A — откорректированное значение спектральной поглощающей способности;

L — оптическая длина кюветы (1 см);

m — масса пробы, используемой для перегонки, мг;

V_1 — объем дистиллята (250 см^3).

По окончании анализа регистрируют данные о массовой доле никотина в анализируемой пробе в процентах. Вычисления проводят с точностью до 0,01 %.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между числовыми значениями которых не должно превышать 0,05 %.

Г.3 Повторяемость и воспроизводимость

Относительное расхождение, выраженное в процентах, между двумя результатами определения, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени, не должно превышать значение предела повторяемости r. Относительное расхождение, выраженное в процентах, между результатами определения, полученными двумя лабораториями с однородными пробами, не должно превышать значение предела воспроизводимости R.

Значения пределов повторяемости r и воспроизводимости R приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1 — Значение пределов повторяемости r и воспроизводимости R

Диапазон измерений массовой доли никотина в бестабачной смеси, %	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %
От 0,01 до 0,10 включ.	30	60
Св. 0,10 до 0,50 включ.	8	14
Св. 0,50 до 2,00 включ.	7	10

Библиография

[1] Патент Российской Федерации на полезную модель RU 213 634 U1 — Устройство для извлечения жидкости из одноразовых электронных систем доставки никотина. URL: gost.e-ecolog.ru registers-web/action?acName=clickRegister&regName=RUPM

[2] CORESTA Recommended Method No. 62 — Determination of nicotine in tobacco and tobacco products by gas chromatographic analysis

УДК 663.97:006.354 МКС 65.160

Ключевые слова: табак нагреваемый, изделие с бестабачной смесью, никотинсодержащее изделие орального потребления (никпэк), жидкости для электронных систем доставки никотина, бестабачная смесь для нагревания, наполнитель, жидкая смесь, бестабачная смесь, содержание никотина

Редактор *М.В. Митрофанова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.05.2024. Подписано в печать 14.05.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,23.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 35068—2024 Табак нагреваемый, изделия с бестабачной смесью, жидкости для электронных систем доставки никотина, никотинсодержащие изделия орального потребления (НИКПЭКИ), бестабачные смеси для нагревания. Определение никотина в наполнителе

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 10 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru