ГОСТ Р 51358—99
(ИСО 8454—95)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания монооксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора

Издание официальное

БЗ 2—99/1070

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 153 «Табак и табачные изделия», Всероссийским научно-исследовательским институтом табака, махорки и табачных изделий (ВНИИТТИ)

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 24 октября 1999 г. № 426-ст

3 Разделы 1, 3 — 11 настоящего стандарта представляют собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 8454—95 «Сигареты. Определение содержания монооксида углерода в газовой фазе дыма (NDIR метод)»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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 Определения 1
4 Сущность метода 1
5 Аппаратура 1
6 Стандартные газовые смеси 2
7 Отбор проб 2
8 Методика испытаний 2
9 Результаты испытаний 3
10 Сходимость и воспроизводимость 4
11 Отчет об испытаниях 4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сигареты

Определение содержания монооксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора

Cigarettes. Determination of carbon monoxide in the vapour phase of cigarette smoke (NDIR method)

Дата введения 2000—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания монооксида углерода (CO) в газовой фазе сигаретного дыма (NDIR метод).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ ИСО 3308—97 Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия

ГОСТ 30039 (ИСО 8243) Сигареты. Отбор проб

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

ГОСТ Р 50021—92 (ИСО 3402) Табак и табачные изделия. Атмосфера для кондиционирования и испытания

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

газовая фаза: Часть дыма, которая проходит через фильтр ловушки твердожидкой фазы во время прокуривания в соответствии с требованиями ГОСТ 30571 с применением курительной машины в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 3308;

очищающая затяжка: Любая затяжка, проведенная после того, как сигарета погашена или удалена из держателя.

4 Сущность метода

Прокуривание сигарет в соответствии с процедурой, приведенной в ГОСТ 30571. Сбор газовой фазы сигаретного дыма и измерение содержания монооксида углерода с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора, калиброванного для монооксида углерода. Расчет количества монооксида углерода проводят на одну сигарету.

5 Аппаратура

Применяется обычная лабораторная аппаратура, а также:

5.1 Камера кондиционирования, обеспечивающая условия кондиционирования в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50021, для кондиционирования образца сигарет перед прокуриванием.

5.2 Обычная лабораторная машина для прокуривания сигарет (в комплекте), отвечающая требованиям ГОСТ ИСО 3308.

Издание официальное

5.3 Система сбора газовой фазы дыма, которую можно присоединить к одному или нескольким каналам курительной машины. Система должна обеспечивать количественный сбор газовой фазы (выбрасываемой обычно в атмосферу) в предварительно освобожденный от воздуха контейнер и хранение ее с целью последующего отбора порций в (NDIR) анализатор.

Система сбора не должна создавать препятствия нормальной работе курительной машины и последующему определению содержания твердожидкой фазы и никотина. Герметичность контейнера, собирающего газовую фазу, должна быть проверена с помощью газовой смеси, содержащей от 4 до 6 % (объем/объем) монооксида углерода, концентрацию которого измеряют непосредственно после заполнения газом предварительно освобожденного от воздуха контейнера. После истечения не менее двух часов измеренное значение концентрации монооксида углерода газовой фазы в контейнере не должно отличаться более чем на 0,2 % от значения, полученного при первом измерении.

Если в качестве контейнера для сбора газовой фазы используют какой-либо плотный мешок для газа, то он должен быть достаточного объема, чтобы после заполнения давление в нем не превышало атмосферное.

Примечание — Объем мешка не должен быть больше двойного объема газовой фазы, находящейся в нем при атмосферном давлении. На практике для сбора газовой фазы пяти сигарет необходим мешок объемом 3 $дм^3$, а для сбора газовой фазы 20 сигарет — 10 $дм^3$.

5.4 Недисперсный инфракрасный (NDIR) анализатор с автоматическим отбором пробы, откалиброванный для измерения содержания монооксида углерода в парах и газах.

Могут быть применены анализаторы различных производителей с рабочим диапазоном от ноля до 10 % (объем/объем) содержания монооксида углерода и скоростью отбора проб от 0,5 до 2,0 $дм^3$/мин, обеспечивающие точность измерений 1,0 % от полной шкалы, линейность 1 % от полной шкалы и значение воспроизводимости 0,2 % от полной шкалы при постоянных температуре и давлении. Его показание для 10 % (объем/объем) CO_2 не должно превышать 0,05 % (объем/объем) в пересчете на монооксид углерода, а его показание для 2 % (объем/объем) водяного пара не должно превышать 0,05 % (объем/объем) в пересчете на монооксид углерода.

5.5 Приспособление для прикуривания сигарет

Должно использоваться беспламенное прикуривание. Зажигалки должны поджигать сигареты с первой попытки без касания или обугливания сигареты.

5.6 Барометр, обеспечивающий измерение атмосферного давления с точностью 0,1 кПа.

5.7 Термометр, обеспечивающий измерение температуры с точностью 0,2 °С.

6 Стандартные газовые смеси

Для калибровки (NDIR) анализатора используют газы высокой чистоты и срока хранения, определенного производителем.

Примечание — Не допускается использовать в газовой смеси другой газ, кроме азота, например гелий, так как при этом показания содержания монооксида углерода будут неверными.

(NDIR) анализатор калибруют не менее чем тремя газовыми смесями с точно известными концентрациями в пределах относительной ошибки 2 %, охватывающими проверяемый диапазон таким образом, чтобы избежать экстраполяции калибровочной кривой. Обычно для этого подходят смеси с 1, 3 и 5 % (объем/объем) содержания монооксида углерода в азоте.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 30039.

8 Методика испытаний

8.1 Кондиционирование

Пробу для анализа — лабораторную пробу кондиционируют в соответствии с ГОСТ Р 50021 до достижения равновесной влажности.

Во время кондиционирования необходимо, чтобы атмосферные условия в лаборатории были как можно ближе к условиям кондиционирования.

Помещают кондиционированную пробу в герметичный контейнер достаточно большого размера и извлекают из него каждую сигарету непосредственно перед прокуриванием.

8.2 Калибровка (NDIR) анализатора

8.2.1 Прогревают анализатор в соответствии с инструкцией изготовителя, продувают его воздухом и выводят показания на ноль.

8.2.2 Наполняют предварительно освобожденный от воздуха контейнер для сбора газовой фазы стандартной газовой смесью, обычно 5,0 % (объем/объем) монооксида углерода, повторно откачивают и вновь заполняют газом. Убеждаются, что газ в контейнере имеет температуру и давление окружающей среды. Вводят газ в измерительную камеру анализатора с помощью насоса отбора проб и выжидают 5—10 с для уравновешивания давления в анализаторе. После достижения стабильного значения считывают с индикатора показание концентрации.

Если необходимо, то проводят регулировку показаний прибора до его соответствия значению стандартной газовой смеси.

8.2.3 Процедуру по 8.2.2 повторяют по меньшей мере для двух других стандартных газовых смесей. Если разница между наблюдаемым и ожидаемым значениями отличается более чем на 0,2 % (объем/объем) монооксида углерода, то нужно обратить внимание на линейность показаний анализатора.

8.2.4 Калибровку прибора повторяют, по крайней мере, один раз в неделю с помощью стандартных газов. Калибровка должна быть линейной в пределах, указанных в 5.4.

8.2.5 Калибровку проверяют перед измерением с использованием стандартного газа, содержащего около 5 % (объем/объем) монооксида углерода. Если разница между показаниями прибора и значением стандартной смеси превышает 0,2 % (объем/объем) монооксида углерода, то калибровку прибора повторяют.

8.3 Прокуривание и сбор газовой фазы

8.3.1 Подготовка системы для сбора газовой фазы дыма

Систему подготавливают в соответствии с прилагаемой инструкцией. Убеждаются, что система для сбора газовой фазы промыта окружающим воздухом и откачана перед началом процесса прокуривания. Не должно быть никакого остаточного количества воздуха перед началом прокуривания.

8.3.2 Методика прокуривания

8.3.2.1 Сигареты прокуривают в соответствии с ГОСТ 30571.

8.3.2.2 После завершения цикла прокуривания удаляют окурки из держателей и делают пять очищающих затяжек для каждой ловушки.

8.3.2.3 Регистрируют общее количество затяжек на каждом канале (затяжки прокуривания плюс очищающие затяжки).

8.4 Измерение объемной концентрации монооксида углерода

8.4.1 Проверяют калибровку анализатора по 8.2.5 и вводят газовую фазу в измерительную камеру анализатора при тех же самых условиях окружающей температуры и давления, что и при сборе газовой фазы, и при той же самой скорости газа, что и при калибровке. Считывают показание анализатора, которое является концентрацией монооксида углерода.

8.4.2 После каждого прокуривания контейнер для сбора газа освобождают и продувают воздухом. После этого аппаратура готова для следующего прокуривания.

9 Результаты испытаний

9.1 **Вычисление среднего объема монооксида углерода на сигарету**

Средний объем монооксида углерода на сигарету $V_{сиг}$, см^3, вычисляют по формуле

$$V_{сиг} = \frac{C \cdot V \cdot N \cdot p \cdot T_к}{S \cdot 100 \cdot p_{ст} \cdot (t + T_к)}, \qquad (1)$$

где C — объемный процент содержания CO,считанный с анализатора;

V — объем затяжки,см^3;

N — число затяжек (включая очищающие);

p — давление окружающего воздуха,кПа;

$p_{ст}$ — стандартное атмосферное давление,кПа;

S — число прокуренных сигарет;

t — окружающая температуре, °С;

$T_к$ — термодинамическая температура (температура тройной точки воды),К (кельвин).

Принимая V = 35 см^3 и используя округленные значения $p_{ст}$ — (101,3 кПа) и $T_к$ — (273 К), формула (1) принимает вид

$$V_{сиг} = 0{,}9432 \frac{C \cdot N \cdot p}{S \cdot (t + 273)}. \qquad (2)$$

9.2 Вычисление средней массы монооксида углерода на сигарету

Среднюю массу монооксида углерода на сигарету $m_{сиг}$, мг, вычисляют по формуле

$$m_{сиг} = \frac{C \cdot V \cdot N \cdot p \cdot T_к \cdot M_{CO}}{S \cdot 100 \cdot P_{ст} \cdot (t + 273) \cdot V_м}, \quad (3)$$

где M_{CO} — молярная масса монооксида углерода, г/моль;

$V_м$ — молярный объем идеального газа, дм^3/моль.

Принимая V = 35 см^3 и используя округленные значения M_{CO} — 28 г/моль и $V_м$ — 22,4 дм^3/моль, формула (3) принимает вид

$$m_{сиг} = 1{,}179 \frac{C \cdot N \cdot p}{S \cdot (t + 273)}. \quad (4)$$

10 Сходимость и воспроизводимость

Совместные международные исследования на четырех образцах сигарет с участием 32 лабораторий, проведенные в 1993 году, дали следующие результаты для данного метода.

Разница между результатами двух испытаний, проведенных одним оператором на пробах идентичных сигарет за короткий период времени и на одном и том же оборудовании, может превысить значение сходимости (r) в среднем не более чем в одном случае из 20 при нормальном и правильном применении данного метода.

Результаты испытаний, полученные двумя лабораториями на образцах идентичных сигарет, могут отличаться друг от друга на значение, большее значения воспроизводимости (R), не более чем в одном случае из 20 при нормальном и правильном применении данного метода.

Результаты испытаний приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Результаты сходимости и воспроизводимости

Среднее содержание монооксида углерода, мг	Сходимость r, мг	Воспроизводимость R, мг
3,45	0,47	1,18
3,56	0,42	1,03
9,89	0,85	2,22
13,80	1,09	3,00

Для расчета r и R в качестве результата испытаний взято среднее значение, полученное при прокуривании 20 сигарет в одном цикле.

11 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен содержать ссылку на метод определения и полученные результаты. В нем должны быть отражены все отклонения от условий, указанных в данном стандарте, а также любые обстоятельства, могущие повлиять на результаты.

Отчет об испытаниях должен содержать все детали, необходимые для полной идентификации образца. По возможности необходимо привести следующую информацию:

11.1 Данные, характеризующие сигареты и идентификацию сигарет:

наименование изготовителя, страна-изготовитель;

наименование продукта;

дата отбора проб;

место закупки или отбора проб;

точка отбора проб;

характеристика точки отбора проб (адрес розничной продажи или номер сигаретной машины);

количество пачек, отобранных за день;

налоговая марка на пачке;

количество смолы и никотина, указанные на пачке (если имеется);

длина сигареты;

длина фильтра;

длина ободка.

11.2 Отбор проб:
применяемый метод отбора проб;
количество сигарет в лабораторной пробе;
дата и место покупки.
11.3 Описание испытаний:
ссылка на данный стандарт;
дата испытаний;
тип курительной машины;
тип анализатора;
количество сигарет, использованных для прокуривания за весь цикл испытаний;
количество сигарет, прокуриваемых на одну ловушку;
длина окурка;
комнатная температура (°С) во время прокуривания и анализа;
относительная влажность во время прокуривания (%);
атмосферное давление (кПа) во время прокуривания и анализа.
11.4 Результаты испытаний

Форма выражения результатов испытаний зависит от цели испытаний и уровня лабораторной точности. Доверительный интервал значений должен быть рассчитан на основании результатов испытаний до их округления.

Вычисляют следующие значения:
среднюю длину сигарет с точностью 0,1 мм;
среднюю длину фильтра с точностью 0,1 мм;
среднюю длину ободка с точностью 0,1 мм;
среднюю длину окурка, до которой сигареты были прокурены, с точностью 0,1 мм;
среднюю длину сгоревшей части сигареты с точностью 0,1 мм;
средний диаметр сигареты, мм;
среднее значение сопротивления затяжке кондиционированных сигарет;
среднюю массу кондиционированных сигарет, отобранных для прокуривания, мг/сиг.;
содержание влаги в кондиционированных сигаретах, в процентах к массе;
среднее число затяжек на сигарету для каждого канала с точностью до 0,1 затяжки;
среднее число общего количества затяжек для каждого канала, включая пять очищающих затяжек, с точностью до 0,1 затяжки;
считанная с прибора концентрация монооксида углерода, выраженная в процентах по объему для каждого канала, с точностью до 0,01 % и средняя для сигареты с точностью до 0,1 %;
средняя концентрация монооксида углерода в дыме, выраженная в процентах по объему для каждого канала, с точностью до 0,01 % и средняя для сигареты с точностью до 0,1 %;
содержание монооксида углерода (мг/сиг. или $см^3$/сиг.) для каждого канала с точностью 0,1 мг или 0,1 $см^3$ и среднее содержание для сигареты с точностью 1 мг или 1 $см^3$.

УДК 663.974.001.4:006.354 ОКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, дым, химический анализ, газовый анализ, определение содержания, монооксид углерода

Редактор *Т.П.Шашина*
Технический редактор *О.Н.Власова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.12.99. Подписано в печать 23.12.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 342 экз. С 4119. Зак. 1052.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru