МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Сигареты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В КОНДЕНСАТЕ ДЫМА

Метод Карла Фишера

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 153 «Табак и табачные изделия», НПО «Табак»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14—98 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Разделы 1, 3—8 настоящего стандарта представляют собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 10362-2—95 «Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Часть 2. Метод Карла Фишера»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 марта 1999 г. № 82 межгосударственный стандарт ГОСТ 30622.2—98 (ИСО 10362-2—95) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Оборудование 2
6 Методика проведения испытания 2
7 Расчет и выражение результатов 3
8 Протокол испытаний 4
Приложение А Библиография 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Сигареты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В КОНДЕНСАТЕ ДЫМА

Метод Карла Фишера

Cigarettes.
Determination of water in smoke condensates. Karl Fischer method

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания воды в конденсате дыма сигарет методом Карла Фишера. Прокуривание сигарет и сбор главной струи дыма проводят в соответствии с ГОСТ 30571. Данный метод применим и к определению содержания воды в конденсате дыма, полученном нестандартным прокуриванием. Этот метод применяют в том случае, если нет возможности использовать ГОСТ 30622.1.

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 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 22967—90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 30571—98 (ИСО 4387—91) Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

ГОСТ 30622.1—98 (ИСО 10362-1—91) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

3 Сущность метода

Растворение конденсата дыма, полученного из главной струи дыма сигарет, в растворителе. Определение содержания воды в пробе путем титрования стандартным реактивом Карла Фишера.

4 Реактивы

Используют только аналитически чистые реактивы и дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

4.1 2-Пропанол — экстрагирующий растворитель по НД [1].

Примечание — 2-Пропанол обычно содержит небольшое количество воды, которая определяется холостым опытом. Не рекомендуется использовать высушенный растворитель, так как он гигроскопичен и создает проблемы в ходе последующих операций.

Издание официальное

4.2 Реактив Карла Фишера

Можно использовать реактив Карла Фишера двух видов:

а — с начальным водным эквивалентом около 5 мг/см^3 по НД [2]. В процессе хранения эквивалент снижается;

б — из двух компонентов: реактив А и реактив Б Карла Фишера по НД [2]. Реактивы А и Б перед употреблением смешивают в равных объемах. Смесь имеет водный эквивалент около 3 мг/см^3.

Желательно использовать реактив б, состоящий из двух компонентов, так как в несмешанном виде он довольно устойчив, особенно при хранении в холодильнике. Его водный эквивалент более подходит для данного метода. Однако время хранения реактива даже в холодильнике ограничено, поэтому необходимо регулярно готовить свежий реактив.

Желательно использовать реактивы, не содержащие пиридин. Если их нет, то следует соблюдать особую осторожность при работе с пиридином.

4.3 Метанол с максимальным содержанием воды 0,05 г/100 г по ГОСТ 6995.

4.4 Силикагель свежеактивированный по ГОСТ 3956.

5 Оборудование

5.1 Прибор Карла Фишера для автоматического титрования, установленный и настроенный согласно инструкции производителя.

5.2 Приспособление для титрования, представляющее собой сосуд емкостью 5 дм^3 с силикагелем, соединенный с автоматической пипеткой двойного действия вместимостью 25 см^3. Растворитель постоянно перемешивают автоматической мешалкой.

5.3 Шприц вместимостью 0,020 см^3 по ГОСТ 22967.

5.4 Шприц вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 22967, снабженный широкополой иглой или пипеткой вместимостью 10 см^3.

5.5 Шкаф сушильный, поддерживающий температуру (105±5) °С.

5.6 Встряхиватель горизонтального типа.

6 Методика проведения испытания

Во время всех операций необходимо избегать попадания влаги из атмосферы.

Вся стеклянная посуда, используемая во время приготовления контрольной пробы и для определения содержания воды, должна быть прогрета при температуре (105±5) °С в течение 1 ч после того, как видимая вода испарится, затем охлаждена и должна храниться в эксикаторе над силикагелем.

6.1 Опытный образец

Методика, описанная ниже, применяется, если прокуривание сигарет проводят согласно ГОСТ 30571. При нестандартном прокуривании и сборе конденсата дыма методика должна быть соответственно изменена с целью получения необходимой концентрации раствора конденсата дыма.

Конденсат дыма собирают с помощью обычной лабораторной машины для прокуривания сигарет по ГОСТ ИСО 3308.

Надевают перчатки, снимают держатели фильтров с машины, открывают их и вынимают пинцетом фильтрующий диск. Сложенный диск помещают в сухую коническую колбу вместимостью 150 см^3 для дисков диаметром 44 мм или колбу вместимостью 250 см^3 для дисков диаметром 92 мм.

Внутреннюю поверхность передней стороны держателя фильтра протирают двумя отдельными четвертями неиспользованного фильтрующего диска и кладут в колбу.

Соответствующее количество растворителя наливают в колбу. При этом сложенный фильтрующий диск должен быть покрыт растворителем. Если диаметр диска фильтра — 44 мм, то необходимо 25 см^3 растворителя. Если диаметр диска фильтра — 92 мм, то требуется 50 см^3 растворителя.

Колбу немедленно закрывают и встряхивают на электрическом встряхивателе в течение 20 мин, наблюдая за тем, чтобы диск не распался на волокна. Таким образом получают раствор конденсата дыма.

6.2 Холостой опыт

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

6.3 Калибровка реактива Карла Фишера

6.3.1 *Процедура калибровки*

В сосуд для титрования наливают такое количество метанола, чтобы нижние концы электродов были погружены, и титруют реактивом Карла Фишера.

Используя шприц вместимостью 0,020 см³, в сосуд добавляют 0,020 см³ воды V_w. Чтобы в шприце не было воздушных пузырьков, его необходимо заполнить выше отметки 0,020 см³, а затем перевернуть. Поршень продвинуть до отметки 0,020 см³, чтобы лишняя вода стекла с кончика иглы.

В качестве альтернативы в шприц можно набрать 0,020 см³ воды и взвесить. После приливания воды в сосуд шприц снова взвешивают и вычисляют количество добавленной воды.

Воду в сосуд для титрования наливают так, чтобы она не попала на горлышко или стенки сосуда. Там, где это возможно, необходимо использовать резиновый колпачок для закрытия сосуда, иглу в этом случае вставляют в колпачок. Если на кончике иглы остается капля воды, то ее удаляют, прикоснувшись к поверхности раствора в сосуде.

Затем проводят титрование реактивом Карла Фишера и записывают результат.

Повторяют опыт дважды. Определяют среднее значение показателя титрования V_t.

Калибровку реактива Карла Фишера проводят перед каждым опытом.

Примечания

1 Обычно проводят прямое титрование без удаления остатка раствора. Когда объем в сосуде достигает определенного уровня, жидкость сливают, оставляя только необходимое для погружения электродов количество. Однако со временем концентрация метанола в сосуде для титрования уменьшается настолько, что появляется осадок, а результаты титрования искажаются. В этом случае из сосуда удаляют всю жидкость, промывают его и снова заполняют метанолом.

2 Отходы из сосуда для титрования следует выливать в плотно закрываемую емкость и утилизировать в установленном порядке.

6.3.2 *Вычисление водного эквивалента*

Водный эквивалент реактива Карла Фишера E, мг/см³, рассчитывают по формуле

$$E = \frac{m_w}{V_t}, \qquad (1)$$

где m_w — масса воды V_w, используемой для калибровки реактива Карла Фишера, мг;

V_t — объем реактива Карла Фишера, израсходованного на титрование, см³.

6.4 Определение

В сосуд для титрования добавляют 10 см³ экстракта 2-пропанола из холостого опыта с помощью шприца с широкополой иглой. Дважды проводят титрование реактивом Карла Фишера и записывают значения.

Определяют среднее значение двух титрований V_b. Проводят два определения для всех холостых опытов.

10 см³ раствора конденсата дыма добавляют в сосуд для титрования. Шприц или пипетку прополаскивают минимальным объемом раствора конденсата дыма, так как его остаток может потребоваться для определения содержания никотина. Титрование проводят реактивом Карла Фишера и записывают его значение V_s.

Оставшийся раствор конденсата дыма можно использовать как для повторного определения содержания воды, так и для определения содержания никотина методом дистилляции с водяным паром. Но если по каким-либо причинам проводят повторное определение содержания воды, то для определения содержания никотина не остается достаточного количества раствора.

7 Расчет и выражение результатов

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

$$W = \frac{(V_s - V_b) \cdot E \cdot V_k}{q \cdot V_a}, \qquad (2)$$

где V_s — объем реактива Карла Фишера, израсходованного на титрование раствора конденсата дыма, см³;

V_b — средний объем реактива Карла Фишера, израсходованного на холостое титрование, см³;

E — водный эквивалент реактива Карла Фишера, мг H_2O на $см^3$;
V_k — объем растворителя, используемого для растворения конденсата дыма, $см^3$;
q — количество прокуренных сигарет;
V_a — объем раствора конденсата дыма, взятого для титрования, $см^3$.
Результаты испытаний рассчитывают со следующей точностью:
- содержание воды, мг/сиг., с точностью до 0,01 мг для каждого курительного цикла;
- среднее содержание воды, мг/сиг., с точностью до 0,1 мг для всей контрольной пробы.

8 Протокол испытаний

В протоколе указывают содержание воды в конденсате дыма каждой выкуренной сигареты, а также использованный метод и условия, которые могут повлиять на результат (например, атмосферное давление во время прокуривания); кроме этого, указывают подробности, необходимые для идентификации выкуренных сигарет.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—402—87 2-Пропанол (изопропиловый спирт), х.ч.
[2] ТУ 6—09—365—63 Реактивы Карла Фишера

МКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, содержание воды, конденсат сигаретного дыма, лабораторная машина для прокуривания, фильтр, титрование, раствор, калибровка реактива, прибор Карла Фишера, водный эквивалент

gost.e-ecolog.ru