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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32175-2013 (ISO 13276: 1997)

ТАБАК И ТАБАЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Определение чистоты никотина

Гравиметрический метод с применением кремневольфрамовой кислоты

(ISO 13276:1997, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий» Российской академии сельскохозяйственных (ГНУ «ВНИИТТИ» Россельхозакадемии)

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

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

За принятие проголосовали:

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

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

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальных (государственных) органах по стандартизации указанных выше государств.

Сравнение структуры межгосударственного стандарта со структурой международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51296–99 (ИСО 13276–97)

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

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

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ НИКОТИНА

Гравиметрический метод с применением кремневольфрамовой кислоты

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

Дата введения –2015 –01–01

1 Область применения

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

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19908–90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

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

Издание официальное

4 Реактивы

Используют реактивы только аналитической чистоты.

4.1 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5 *Аппаратура*

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

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

5.3 Стекла часовые по *ГОСТ 25336.*

5.4 Палочки стеклянные по *ГОСТ 25336* для перемешивания.

5.5 Эксикатор по *ГОСТ 25336* с осушителем хлоридом кальция*.

5.6 Оборудование для фильтрования через стеклянный тигель с пористым дном

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

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

5.6.3 Вакуум-насос системы Камовского.

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

5.7 Оборудование для фильтрования через бумажный фильтр

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

5.7.2 Тигли фарфоровые или платиновые по *ГОСТ 9147.*

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

5.7.4 Печь муфельная, обеспечивающая температуру свыше 600 °С.

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

6 Методика проведения анализа

***6.1* Осаждение**

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

* Могут применяться другие осушители эквивалентные по эффективности.

убедиться, что он быстро оседает и состоит из кристаллов. Проверяют полноту осаждения добавлением нескольких капель раствора кремневольфрамовой кислоты.

6.2 Фильтрование

Фильтрование проводят по *6.2.1 или 6.2.2.*

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

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

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

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

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

6.2.2 Фильтрование через беззольную фильтровальную бумагу

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

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

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

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

П р и м е ч а н и е – После проведения обугливания фильтровальной бумаги можно оставить тигль с остатком на ночь в муфельной печи (*5.7.4*) при температуре более 600 °С. Этот прием дает уверенность в том, что не потребуется повторного прокаливания.

7 Обработка результатов

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

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

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

m_1 – масса высушенного пустого тигля, мг;

C – коэффициент, зависящий от способа фильтрования:

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

0,1141 –при фильтровании через фильтровальную бумагу;

m – эквивалентная масса никотина в анализируемой пробе, мг.

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

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

где m_S – масса соли никотина, мг;

M_S – молекулярная масса соли никотина.

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

8 Повторяемость и воспроизводимость

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

Значения повторяемости (*r*) и воспроизводимости (*R*).

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

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

Данные испытаний приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Значение повторяемости и воспроизводимости

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

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

П р и м е ч а н и е – Если воспроизводимость *R* рассчитывается на основании среднего значения из пяти параллельных определений, то она будет составлять 2,9 для слегка разложившегося никотина и 3,3 для чистого никотина.

9 Отчет о проведении испытаний

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

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

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта ISO 13276:1997		Структура межгосударственного стандарта ГОСТ 32175-2013 (ISO 13276:1997)	
раздел	подраздел	раздел	пункт
1	–	1	–
–	–	2	–
2	–	3	–
3	–	4	*4.1*
	3.1		*4.2*
	3.2		*4.3*
	3.3		*4.4*
	3.4		*4.5*
4	–	5	–
5	–	6	–
6	–	7	–
7	–	8	–
8	–	*9*	–
–		Приложение ДА (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта	
Библиография		-	

Примечания

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

2 В раздел 4 настоящего стандарта внесен дополнительный пункт 4.5.

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

4 В настоящем стандарте исключен структурный элемент «Библиография».

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160 MOD

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

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 792.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru