МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNSIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

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

ГОСТ 30570—2003
(ИСО 10315:2000)
ГОСТ Р 51974—2002
(ИСО 10315:2000)

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма
Метод газовой хроматографии

Издание официальное

БЗ 5—2004

Москва
Стандартинформ
2005

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—97«Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Госстандартом России

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 24 от 5 декабря 2003 г.)

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	Агентство «Азстандарт»
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Агентство «Узстандарт»
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Настоящий стандарт идентичен ГОСТ Р 51974—2002 «Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии», который является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 10315:2000 «Сигареты. Определение содержания никотина в конденсатах дыма. Метод газовой хроматографии», кроме раздела 2. Текст стандарта дополнен требованиями, учитывающими потребности национальной экономики страны

5 ВЗАМЕН ГОСТ 30570—98 (ИСО 10315—91)

6 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 9 марта 2004 г. № 155-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30570 (ИСО 10315:2000)/ГОСТ Р 51974—2002 (ИСО 10315:2000) введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2005 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2005

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

Поправка к ГОСТ 30570—2003 (ИСО 10315:2000) Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

ГОСТ Р 51974—2002 (ИСО 10315—2000)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 10 2015 г.)

ГОСТ 30570—2003
(ИСО 10315:2000)
ГОСТ Р 51974—2002
(ИСО 10315:2000)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма Метод газовой хроматографии

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

Дата введения — 2005—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод газохроматографического определения содержания никотина в конденсате сигаретного дыма. Прокуривание сигарет и сбор конденсата главной струи дыма проводят по ГОСТ 30571. Метод применим также для определения содержания никотина в конденсате дыма сигарет, прокуренных нестандартным методом.

Примечание — При невозможности использовать газохроматографический метод допускается использование метода по ГОСТ 30438 для определения суммы алкалоидов. В этом случае при выражении результатов испытаний указывают, что определение проводилось по ГОСТ 30438.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 30438—2003 (ИСО 3400:1997)/ГОСТ Р 51975—2002 (ИСО 3400:1997) Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод

ГОСТ 30571—2003 (ИСО 4387:2000)/ГОСТ Р 51976—2002 (ИСО 4387:2000) Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

ГОСТ 30622.1—2003 (ИСО 10362.1:1999)/ГОСТ Р 51973—2002 (ИСО 10362-1:1999) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

ИСО 13276—97 Табак и табачные изделия. Определение чистоты никотина. Гравиметрический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Собранный конденсат главной струи дыма растворяют в растворителе, содержащем внутренний стандарт. Содержание никотина в аликвотной пробе раствора определяют методом газовой хроматографии и вычисляют содержание никотина в конденсате дыма.

Издание официальное

4 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитической чистоты.

4.1 Газ-носитель — гелий или азот высокой степени чистоты.

4.2 Дополнительные газы — воздух и водород высокой степени чистоты для пламенно-ионизационного детектора.

4.3 2-пропанол (изопропанол) по НД с максимальным содержанием воды 1,0 мг/см^3.

4.4 Внутренний стандарт — *н*-гептадекан или хинальдин по НД (степень чистоты не менее 99 %).

Карвон, *н*-октадекан или другой соответствующий внутренний стандарт может быть использован после проверки чистоты и установления факта, что время его выхода не совпадает со временем выхода других компонентов экстракта дыма. Площадь пика внутреннего стандарта при анализах образцов должна быть неизменной. В случаях, когда площадь пика внутреннего стандарта изменяется, необходимо провести анализ экстракта образца, полученного при использовании экстрагирующего раствора, без добавки внутреннего стандарта, для того чтобы убедиться в отсутствии пика вещества в экстракте дыма, время выхода которого совпадает со временем выхода внутреннего стандарта (смотри раздел 9).

4.5 Экстракционный растворитель — 2-пропанол (4.3), содержащий внутренний стандарт (4.4), концентрация которого должна быть от 0,2 до 0,5 мг/см^3. Перед употреблением температуру растворителя, не хранившегося в лабораторных условиях, доводят до (22 ± 2) °С.

4.6 Стандартное вещество — никотин с известной степенью чистоты, которую проверяют по ИСО 13276. Его хранят в темном месте при температуре от 0 до 4 °С.

Может быть использован никотин салицилат с известной степенью чистоты, которую проверяют по ИСО 13276.

4.7 Калибровочные растворы

Никотин (4.6) растворяют в растворителе (4.5) для получения не менее четырех калибровочных растворов, концентрация которых должна охватывать область возможного содержания никотина в анализируемой пробе (обычно от 0,02 до 2,0 мг/см^3). Хранить их следует в темном месте при температуре от 0 до 4 °С.

Растворитель и растворы, хранившиеся при низкой температуре перед употреблением, доводят до (22 ± 2) °С.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также:

5.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, записывающим устройством и интегратором или другой соответствующий прибор (раздел 9).

5.2 Колонка с внутренним диаметром от 2 до 4 мм и длиной от 1,5 до 2 м.

Предпочтительно использовать стеклянные колонки. Однако могут быть использованы колонки из других материалов, как например из нержавеющей стали или никеля. Стационарная фаза: 10 %-ный полиэтиленгликоль 20 000 с 2 %-ным гидроксидом калия на силанизированном, отмытом кислотой носителе с зернением от 150 до 190 мкм (раздел 9).

6 Методика испытаний

6.1 Анализируемая проба

Анализируемую пробу готовят растворением конденсата дыма, полученного при прокуривании на курительной машине определенного количества сигарет, в 20 см^3 растворителя (4.5) при диаметре фильтра 44 мм или в 50 см^3 растворителя (4.5) при диаметре фильтра 92 мм. Объем может быть изменен для получения концентрации никотина, соответствующей калибровочному графику (6.3), но его должно быть достаточно для проведения эффективной экстракции конденсата дыма. Анализ проводят по возможности быстро, а в случае, если перерыв в работе необходим, то пробу хранят в темном месте при температуре от 0 до 4 °С. Стандартное прокуривание проводят по ГОСТ 30571.

6.2. Подготовка приборов

Для проведения испытаний по инструкциям изготовителей настраивают газовый хроматограф (5.1), самописец или интегратор и автоматический пробоотборник (если он используется). При этом убеждаются, что пики растворителя, внутреннего стандарта, никотина и других компонентов дыма, особенно неофитадиена, который при некоторых обстоятельствах может оказаться на хвосте пика никотина, хорошо разделены (раздел 9).

Условия хроматографии:

температура колонки — 170 °С (изотермическая);

температура испарителя — 250°С;
температура детектора — 250°С;
газ-носитель азот или гелий с расходом около 30 $см^3$/мин;
объем пробы — 0,002 $см^3$.

При соблюдении указанных условий продолжительность анализа составляет от 6 до 8 мин (раздел 9).

6.3 Калибровка газового хроматографа

Аликвотную часть (0,002 $см^3$) каждого калибровочного раствора по 4.7 вводят в газовый хроматограф. Регистрируют площади пиков (или высот) никотина и внутреннего стандарта (4.4). Анализ каждого калибровочного раствора проводят минимум два раза.

Рассчитывают отношения площади пиков (или высот) никотина и внутреннего стандарта для каждого калибровочного раствора. Используя данные о концентрации никотина и отношения площадей, строят калибровочный график или рассчитывают линейное уравнение регрессии (концентрацию никотина и отношение площадей). График должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат. Используют угловой коэффициент уравнения регрессии. Процесс калибрования проводят ежедневно. Кроме того, после анализа каждых 20 проб вводят аликвотную часть калибровочного раствора средней концентрации. Если рассчитанная для этого раствора концентрация отличается более чем на 3% от исходного значения, то повторяют весь процесс калибровки.

6.4 Определение

Аликвотные части (0,002 $см^3$) исследуемой пробы по 6.1 вводят в газовый хроматограф. Отношение между пиком никотина и пиком внутреннего стандарта рассчитывают на основе данных площадей пиков (или высот). Проводят два определения одной и той же пробы, из которых рассчитывают среднее значение.

Если результаты испытаний получены по определенному количеству отдельных каналов прокуривания и использовался автоматический пробоотборник, то отобранные аликвоты каждой ловушки для дыма будут идентичными.

7 Обработка результатов

Концентрацию никотина в исследуемой пробе рассчитывают с помощью калибровочного графика или линейного уравнения регрессии по 6.3. По концентрации никотина в исследуемой пробе рассчитывают содержание никотина в конденсате дыма, а из него — содержание никотина в прокуренных сигаретах. Результаты испытаний выражают в миллиграммах на сигарету по каждому каналу с точностью до 0,01 мг, а среднее значение — с точностью до 0,1 мг.

8 Сходимость и воспроизводимость

Межлабораторный эксперимент, проведенный в 1990 г. в международных масштабах на шести пробах с участием 30 лабораторий, показал следующие значения сходимости (r) и воспроизводимости (R) при прокуривании сигарет по ГОСТ 30571 и определении содержания никотина настоящим методом.

При правильном применении метода разница между двумя результатами, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени и при наличии однородных проб сигарет, не должна превышать значение сходимости (r) более чем один раз в 20 случаях.

Результаты, полученные двумя лабораториями с однородными пробами сигарет, при правильном применении метода не должны превышать значение воспроизводимости (R) более чем один раз в 20 случаях. Значения сходимости (r) и воспроизводимости (R) приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значение сходимости и воспроизводимости

В миллиграммах на сигарету

Среднее содержание никотина	Сходимость r	Воспроизводимость R
0,091	0,040	0,069
0,179	0,046	0,069
0,326	0,050	0,076
0,673	0,077	0,109
0,835	0,079	0,142
1,412	0,107	0,195

Для вычисления r и R был выбран один результат определения в качестве среднего значения, полученного при прокуривании 20 сигарет за одну операцию прокуривания.

Другие подробности, касающиеся r и R, приведены в отчете КОРЕСТА 91/1.

Отклонения, связанные с методом отбора проб, приведены в ГОСТ 30039.

9 Альтернативные испытания на газовом хроматографе и анализ предостережений

9.1 Основные положения

Для определения содержания никотина в конденсате дыма могут быть использованы альтернативные газохроматографические колонки как насадочные, так и капиллярные. При их применении следует добиться того, чтобы на хроматограмме пики никотина и внутреннего стандарта были отделены от пиков других компонентов дыма и растворителя.

Приведенные в разделе 8 значения действительны для стандартных колонок. Соответствующих данных для альтернативных колонок нет.

9.2 Альтернативные колонки

9.2.1 Насадочные колонки

Кроме стационарных фаз колонок, описанных в 5.2, могут применяться:

- 2%-ный версамид 900 с 1%-ным гидроксидом калия или
- 7%-ный полиэтиленгликоль 20 000 с 3%-ным полифениловым эфиром (6-членным), или
- меньшее количество полиэтиленгликоля 20 000 (с гидроксидом калия или без него).

9.2.2 Капиллярные колонки

Могут применяться кварцевые капиллярные колонки (с внутренним диаметром от 0,2 до 0,53 мм), покрытые тонкой пленкой толщиной до 1 мкм, пригодные для анализа полярных веществ.

Дезактивированные щелочью полиэтиленгликолевые стандартные фазы, такие как CAM, карбоваксамин, стабиловакс-DB и CP WAX-51, дают подобные результаты как в случае использования набивных колонок с полиэтиленгликолем 20 000 с добавкой гидроксида калия по 9.2.1.

9.3 Системы впрыска

Альтернативные колонки (9.2.1, 9.2.2) требуют использования соответствующих систем впрыска. Методика проведения испытаний должна быть изменена в зависимости от типа используемой колонки, что должно найти отражение в инструкции по проведению испытаний. Изотермальную температуру термостата или программирование температуры термостата, время выдержки в нем, линейную скорость и соотношение деления потока газа-носителя следует изменять в зависимости от типа используемой капиллярной колонки. Например, для капиллярной колонки длиной 15 м с внутренним диаметром 0,32 мм и толщиной пленки 0,25 мкм типичные условия проведения испытаний могут быть следующими:

- температура в термостате — при 160 °С, выдержка — 4,5 мин, увеличение температуры до 200 °С со скоростью 30 °С/мин, выдержка — 1,5 мин;
- газ-носитель — гелий при линейной скорости потока около 25 мм/с;
- соотношение деления потока — 20:1.

При этих условиях продолжительность анализа составляет от 7 до 8 мин.

9.4 Альтернативные внутренние стандарты

Альтернативные внутренние стандарты, такие как карвон, хинальдин и *н*-октадекан, перед применением должны быть проверены на чистоту и на отсутствие совпадения времени их удерживания со временем удерживания компонентов анализируемого экстракта дыма. Площадь пика внутреннего стандарта в пробах должна быть проверена на постоянство. При наличии непостоянства проводят анализ экстрактов конденсата дыма без внутреннего стандарта для подтверждения отсутствия пика вещества в экстракте дыма, совпадающего по времени удерживания с пиком внутреннего стандарта.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать данные о содержании никотина в пересчете на одну прокуренную сигарету, указание на использованный метод, включая перечень условий испытаний, которые могут повлиять на его результат (например атмосферное давление во время прокуривания). Протокол должен включать все основные сведения, необходимые для идентификации сигарет.

11 Использование настоящего метода для определения содержания воды газохроматографическим методом

Настоящий метод может быть использован в сочетании или одновременно с методом газохроматографического определения содержания воды в конденсате дыма по ГОСТ 30622.1. Это возможно при следующих условиях:

- к растворителю по 4.5 добавляют соответствующее количество внутреннего стандарта, предназначенного для определения воды;
- в качестве газа-носителя предпочтение отдается гелию;
- для определения воды аликвотная часть раствора конденсата дыма вводится как в колонку, соединенную с детектором по теплопроводимости, так и в колонку для определения никотина — с предусмотренным в этом методе детектором.

Одновременный автоматический анализ воды и никотина может быть проведен с использованием системы делителя потока или автоматического дозатора с двумя раздельными устройствами ввода проб. Если определение содержания никотина и воды проводится в одной пробе раздельно, то в первую очередь определяют воду, чтобы предотвратить абсорбцию воды пробой, что может повлиять на конечный результат.

УДК 663.974.001.4:006.354 ОКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, никотин, конденсат дыма, газовая хроматография, прокуривание, аликвотная проба, калибровочные растворы, концентрация никотина

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Подписано в печать 24.05.2005. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70. Тираж 147 экз. Зак. 306. С 1279.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru