ГОСТ Р 51976—2002
(ИСО 4387—2000)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

Издание официальное

БЗ 7—2002/100

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всероссийским НИИ табака, махорки и табачных изделий и Техническим комитетом по стандартизации ТК 153 «Табак и табачные изделия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 10 декабря 2002 г. № 459-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой, кроме разделов 2 и 5, полный аутентичный текст ИСО 4387:2000 «Сигареты. Определение содержания общего и не содержащего никотина сухого вещества с применением обычного аналитического устройства для раскуривания сигарет» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

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 Термины, определения и сокращения 1
4 Сущность метода 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Определение содержания влажного конденсата 3
7.1 Подготовка сигарет к прокуриванию 3
7.2 Маркировка длины окурка 3
7.3 Подбор сигарет 4
7.4 Кондиционирование 4
7.5 Предварительные испытания перед прокуриванием 4
7.6 Прокуривание и сбор конденсата 4
7.7 Определение содержания влажного конденсата 6
7.8 Расчет содержания влажного конденсата 6
7.9 Обработка влажного конденсата 6
8 Отчет об испытаниях 7
9 Сходимость и воспроизводимость 8
Приложение А Планы прокуривания 9

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

Cigarettes.
Determination of damp and nicotine-free dry condensate (resin) content in cigarette smoke using a routine analytical smoking machine

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания влажного конденсата с целью последующего определения не содержащего никотин сухого конденсата в сигаретном дыме, полученном и собранном при использовании обычной лабораторной курительной машины.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты

ГОСТ 3935—2000 Сигареты. Общие технические условия

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

ГОСТ 30041—93 (ИСО 2971—87) Сигареты и фильтры. Определение номинального диаметра. Пневматический метод

ГОСТ 30622.2—98 (ИСО 10362-2—95) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод Карла Фишера

ГОСТ Р ИСО 3308—2002 Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия

ГОСТ Р ИСО 3402—2002 Табак и табачные изделия. Атмосферы для кондиционирования и испытаний

ГОСТ Р ИСО 6565—2002 Табак и табачные изделия. Сопротивление затяжке сигарет и перепад давления фильтрпалочек. Стандартные условия измерения

ГОСТ Р 51973—2002 (ИСО 10362-1—99) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

ГОСТ Р 51974—2002 (ИСО 10315—2000) Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

ГОСТ Р 51975—2002 (ИСО 3400—97) Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод

ИСО 16055 Табак и табачные изделия. Контрольный образец. Требования и применение

3 Термины, определения и сокращения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **влажный конденсат, TPM:** Часть главной струи дыма, задерживаемая в ловушке для дыма, в миллиграммах на сигарету (мг/сиг.).

3.2 **сухой конденсат, DPM:** Влажный конденсат после вычитания из него содержания воды, в миллиграммах на сигарету (мг/сиг.).

Издание официальное

3.3 **смола, NFDPM** (не содержащий никотин сухой конденсат): Сухой конденсат после вычитания из него содержания никотина, в миллиграммах на сигарету (мг/сиг.).

3.4 **процесс прокуривания:** Прокуривание сигарет от зажигания до последней затяжки с использованием курительной машины.

3.5 **цикл прокуривания:** Установленный процесс прокуривания, необходимый для получения дыма из пробы сигарет для определения его компонентов.

3.6 **лабораторная проба:** Часть объединенной выборки, представительной ко всем мгновенным выборкам, направляемая в лабораторию для испытаний.

3.7 **проба для испытаний:** Часть лабораторной пробы, представительная ко всем мгновенным выборкам, предназначенная для проведения серии анализов по одному или нескольким показателям.

3.8 **кондиционируемая проба:** Часть пробы для испытаний, отобранная для кондиционирования перед проведением испытаний.

3.9 **проба для анализа:** Часть пробы для испытаний, предназначенная для проведения одного анализа.

3.10 **контрольный образец:** Группа специально подобранных сигарет, изготовленных для контроля условий испытаний.

Примечание — Сигареты внутри группы однородны с точки зрения их физических и химических свойств.

4 Сущность метода

Сначала проводят отбор проб от подлежащей испытанию марки сигарет и кондиционируют их. Затем отбирают пробы для анализа и прокуривают их на курительной машине. Влажный конденсат собирают в ловушку с фильтром из стекловолокна. При необходимости правильность проведения лабораторного процесса прокуривания, а также последующих операций проверяют с помощью контрольного образца по ИСО 16055. Массу собранного влажного конденсата определяют гравиметрическим методом. Влажный конденсат экстрагируют из фильтра и с помощью газовой хроматографии определяют содержание воды и никотина.

Примечание — Если нет возможности использовать газохроматографический метод, определение содержания никотина проводят по ГОСТ Р 51975. Определение содержания воды в конденсате дыма проводят по ГОСТ 30622.2. В этом случае об использовании этих методов указывают в протоколе испытаний.

5 Аппаратура

5.1 Обычная лабораторная курительная машина по ГОСТ Р ИСО 3308.

5.2 Бюретка с мыльной пленкой, калиброванная на (35±0,2) $см^3$, с ценой деления 0,1 $см^3$.

5.3 Прибор для определения продолжительности и частоты затяжки.

5.4 Весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,1 мг.

На результат взвешивания держателей фильтров может влиять статическое электричество, требующее применения антистатического устройства.

5.5 Камера для кондиционирования с параметрами атмосферы по ГОСТ Р ИСО 3402.

5.6 Линейка с точностью измерения 0,5 мм.

5.7 Прибор для определения диаметра сигарет по ГОСТ 30041.

Если такого прибора нет, то диаметр может быть определен путем продольного разрезания рубашки сигареты и измерения ее ширины после разглаживания.

5.8 Приспособление для герметизации — конечные колпачки, изготовленные из негигроскопичного и химически инертного материала как и сам фильтродержатель.

5.9 Перчатки хлопчатобумажные или хирургические без талька.

6 Отбор проб

Лабораторную пробу (3.6) отбирают по ГОСТ 30039. Обычно эта проба состоит из сигарет, отобранных из различных частей генеральной совокупности. Поэтому пробу для испытаний (3.7) составляют из лабораторной пробы так, чтобы в нее попали сигареты из различных частей генеральной совокупности.

7 Определение содержания влажного конденсата

7.1 Подготовка сигарет к прокуриванию

7.1.1 Общие положения

Если N сигарет одной марки подлежит прокуриванию, то для кондиционирования и маркировки длины окурков берут CN сигарет из Q.

В стандарте применяют следующие обозначения:

N — количество сигарет определенной марки, подлежащих прокуриванию. Они должны быть представительны ко всем мгновенным выборкам или разовым выборкам длительного периода времени;

C — множитель, больше единицы, позволяющий компенсировать потери сигарет вследствие повреждения или в процессе последующего отбора между результатом первоначального отбора пробы и прокуриванием;

Q — общее количество сигарет (проба для испытаний по 3.7);

n — количество повторностей определения влажного конденсата;

q — количество сигарет, прокуренных на одну ловушку;

P — общее количество пачек сигарет.

Примечание — Множитель C обычно равен 1,2 с тем, чтобы иметь в распоряжении дополнительные сигареты, если некоторые будут повреждены. Если необходимо, чтобы отбор сигарет проводился по массе или сопротивлению затяжке (или по другому параметру), то значение множителя C, в зависимости от метода отбора, должно быть большим (как показывает опыт — 2—4).

Точность метода требует, чтобы соблюдалось правило $80 \le N \le 100$. Это количество может быть существенно увеличено, если неоднородность пробы велика и, наоборот, при однородной пробе количество сигарет может быть уменьшено. Оно может быть также уменьшенным, если N представляет собой мгновенную выборку. Количество сигарет N не должно быть меньше 40, если на каждую ловушку для дыма прокуривается 20 сигарет, и не меньше 20, если на каждую ловушку для дыма прокуривается 5 сигарет.

Необходимо прокуривать 40 сигарет, если на каждую ловушку для дыма прокуривается 20 сигарет. Таким образом создается возможность проведения двух прокуриваний и получения двух результатов.

Проба для испытаний N дает $n = N/q$ определений, если на одну ловушку прокуривается q сигарет. По возможности, n повторностей должны включать в себя сигареты различных мгновенных выборок из пробы для испытаний. Отбор каждой пробы для анализа зависит от состава пробы для испытаний.

7.1.2 Отбор проб для анализа из Q сигарет

Если лабораторная проба представляет собой совокупность Q сигарет, то CN сигарет следует выбирать произвольно, так чтобы каждая сигарета могла быть выбрана с одинаковой вероятностью.

7.1.3 Отбор проб для анализа из P пачек

Если проба для испытаний состоит из P пачек, то метод отбора зависит от количества сигарет в каждой пачке (Q/P) в сравнении с q.

Если $(Q/P \ge Cq$, то пробу для анализа формируют произвольным отбором одной единственной пачки и из этой пачки произвольно отбирают Cq сигарет.

Если $Q/P < Cq$, то отбирают наименьшее количество пачек k по формуле

$$\frac{Qk}{P} \ge Cq. \qquad (1)$$

Тогда из каждой пачки произвольно отбирают одинаковое (или по возможности одинаковое) количество сигарет и таким образом формируют пробу для анализа Cq сигарет.

7.1.4 Удваивание проб для анализа

Если проба для испытаний достаточно велика ($\ge 2CN$), то рекомендуется иметь в запасе второй комплект проб для анализа n. В этом случае имеет смысл параллельный отбор проб для анализа, а условия отбора по 7.1.3 должны быть изменены для случаев, когда $Q/P \ge 2Cq$ или $Q/P < 2Cq$.

7.2 Маркировка длины окурка

7.2.1 Стандартная длина окурка

Стандартная длина окурка, которую отмечают на сигарете, должна быть наибольшей из следующих трех значений:

- 23 мм;
- длина фильтра +8 мм;
- длина ободковой бумаги +3 мм.

Длиной ободковой бумаги считают длину любой оболочки, покрывающей конец сигареты, вставляемой в рот, а длиной фильтра считают общую длину сигареты без длины табачного жгута.

Примечание — Длина окурка определена в ГОСТ Р ИСО 3308 как длина несгоревшей сигареты к моменту окончания прокуривания.

7.2.2 Измерение длины фильтра

За длину фильтра по 7.2.1 принимают среднеарифметическое значение 10 измерений с погрешностью не более 0,5 мм. Среднее значение рассчитывают с точностью до 0,5 мм.

Примечание — В некоторых случаях необходимо измерять более 10 сигарет. Но когда вариация длины фильтра мала, то достаточно провести измерение меньшего количества сигарет.

7.2.3 Измерение длины ободковой бумаги

За длину ободковой бумаги по 7.2.1 принимают среднеарифметическое значение 10 измерений с погрешностью не более 0,5 мм. Среднее значение рассчитывают с точностью до 0,5 мм.

Примечание — В некоторых случаях необходимо измерять более 10 сигарет. Но когда вариация длины ободковой бумаги мала, то достаточно провести измерения меньшего количества сигарет.

7.2.4 Длина окурка, отмечаемая на сигаретах перед кондиционированием

С помощью мягкого фломастера проводят линию стандартной длины окурка с точностью до 0,5 мм от конца мундштука с учетом типа сигарет.

Для предотвращения повреждения сигарет отметку длины окурка проводят осторожно. Сигареты, которые при этом прорываются или прокалываются, или дефектные сигареты, обнаруженные во время нанесения отметки, отбрасывают и заменяют запасными.

Если сигареты прокуривают на курительной машине с заранее установленной длиной окурка по 7.2.1, то нет необходимости отмечать на сигаретах его длину.

7.3 Подбор сигарет

Если необходим подбор сигарет по массе или сопротивлению затяжке, или любому другому параметру в зависимости от решаемой задачи, то это не должно влиять на количество сигарет для прокуривания из-за выбранного метода подбора.

7.4 Кондиционирование

Пробы для анализа кондиционируют по ГОСТ Р ИСО 3402 минимум 48 ч и максимум 10 дней. Если по какой-либо причине пробы для испытаний должны храниться более 10 дней, то их следует хранить в оригинальной упаковке или в воздухонепроницаемых сосудах, имеющих размер пробы.

Параметры атмосферы в лаборатории, при которых проводят прокуривание, должны соответствовать ГОСТ Р ИСО 3402.

Пробы для анализа доставляют к месту прокуривания в воздухонепроницаемых сосудах (имеющих размер пробы) или без них, если места прокуривания и кондиционирования граничат непосредственно друг с другом и имеют идентичные атмосферные условия.

7.5 Предварительные испытания перед прокуриванием

Перед прокуриванием сигарет проводят следующие измерения, результаты которых включают в протокол испытаний:

а) общая длина сигареты;

б) номинальный диаметр, определенный по ГОСТ 30041;

в) сопротивление затяжке сигарет, определенное по ГОСТ Р ИСО 6565;

г) средняя масса кондиционированных сигарет, отобранных для прокуривания (мг/сиг.);

д) влажность кондиционированных сигарет, определенная по ГОСТ 3935.

7.6 Прокуривание и сбор конденсата

7.6.1 План прокуривания

Выбирают один из вариантов плана прокуривания. Примеры вариантов приведены в приложении А.

План прокуривания должен отражать количество сигарет, подлежащих прокуриванию на каждую ловушку q, и количество сигарет в кондиционируемой пробе (CN).

План должен включать в себя контрольный образец как отдельную пробу для анализа. Вклю-

ченный в план контрольный образец должен пройти вместе с маркой сигарет подготовку и прокуривание по 7.6.4; 7.7; 7.8 и 7.9.

7.6.2 Подготовка ловушек для дыма и держателей сигарет

Для предотвращения загрязнений, возникающих из-за контакта с пальцами, на руки надевают перчатки из подходящего материала (5.9).

Фильтры из стекловолокна, прошедшие кондиционирование не менее 12 ч в соответствующих атмосферных условиях, вставляют в держатели так, чтобы шероховатая сторона была обращена навстречу дыму. После установки фильтров проверяют надежность посадки фильтрующих дисков. Если ловушка для дыма сконструирована таким образом, что она имеет диск с отверстием (ограничитель), то его следует вставить и надеть конечные колпачки. Если держатель сигарет выполнен таким образом, что он имеет диск с отверстием, то диск вкладывают в держатель сигарет перед присоединением лабиринтовых уплотнений (см. ГОСТ Р ИСО 3308, 4.8). Собранные ловушки для дыма взвешивают с точностью до 0,1 мг. Из-за того, что ловушка для дыма и растворители поглощают влагу, необходимо определить ее количество при холостом опыте. Холостой опыт проводят с использованием дополнительных ловушек для дыма (минимум 2 шт. на каждые 100 сигарет), которые используют так же, как и для сбора дыма.

7.6.3 Подготовка курительной машины

7.6.3.1 Общие положения

При необходимости заменяют защитные фильтры. Включают машину и прогревают ее на автоматическом режиме не менее 20 мин. Когда машина погреется, проверяют, чтобы продолжительность и частота затяжки на каждом канале соответствовала стандартным условиям.

Следует проверить объем затяжки, если в период работы значительно изменяется температура машины.

7.6.3.2 Измерение продолжительности затяжки

Для измерения продолжительности затяжки применяют таймер, работающий по принципу кварцевого генератора. Таймер напрямую соединен со схемой включения и выключения механизма затяжки. Погрешность измерения времени таймером не должна превышать 1 % установленного значения продолжительности затяжки.

Примечание — Из-за разнообразия типов измерительных приборов и курительных машин описание способов измерения сводится лишь к указанию погрешности.

7.6.3.3 Проверка частоты затяжки

Таймером измеряют отрезок времени между началами последующих затяжек. Это определяет частоту затяжек. Таймер должен проводить измерения с точностью до 0,1 с и должен быть напрямую соединен со схемой включения механизма затяжек.

7.6.3.4 Измерение объема затяжки

Изменение положения мыльной пленки в бюретке (5.2) дает непосредственное измерение объема затяжки и одновременно служит для контроля герметичности системы. Бюретка должна иметь цену деления 0,1 $см^3$ и быть откалибрована на 35 $см^3$. Бюретка с помощью стандартного соединительного устройства со стандартным сопротивлением 1 кПа ±5 % должна поочередно соединяться с держателем сигарет каждого канала курительной машины. Перед началом измерения бюретку необходимо два раза увлажнить мыльным раствором, который должен после этого стекать в течение 30—45 с.

Для работы с бюреткой используют 15 %-ный водный раствор поверхностно-активного вещества, исходная концентрация которого должна быть известна.

Подготовленную ловушку для дыма или ловушку с сигаретными держателями крепят на курительной машине. При измерении объема затяжки используют разъемы из синтетического материала. Их размеры должны соответствовать размерам используемых лабиринтовых уплотнений в держателе сигарет. Разъем соединяют с трубкой бюретки с мыльной пленкой. Подготовка бюретки заключается в смачивании ее внутренней стороны мыльным раствором выше верхней маркировки. Бюретку соединяют с держателем сигарет первого канала и определяют объем затяжки; если необходимо, то его регулируют в пределах (35±0,3) $см^3$. Этот процесс повторяют на всех других каналах. Операции повторяют до тех пор, пока не будет достигнута необходимая точность измерения. Если количество повторений превышает три, то перед прокуриванием фильтр из стекловолокна заменяют на новый, ловушку для дыма взвешивают вторично и объем затяжки проверяют еще раз. Измеряют температуру и относительную влажность воздуха, окружающего курительную машину, и фиксируют атмосферное давление.

7.6.4 Метод прокуривания

Кондиционированные сигареты (пробы для анализа) вставляют в держатель сигарет так, чтобы конец сигареты упирался в диск с отверстием, находящийся внутри ловушки для дыма. Следует избегать негерметичности вставки и деформирования сигарет. Сигареты с явными дефектами или сигареты, которые при вставке были повреждены, удаляют и заменяют кондиционированными запасными сигаретами. Сигареты располагают в держателях так, чтобы продольные оси сигарет совпадали с продольными осями каналов. Каждую сигарету располагают таким образом, чтобы механизм окончания затяжки сработал, как только зона тления достигнет отметки длины окурка. Если для окончания процесса прокуривания возле отметки длины окурка используют эффект перегорания 100 %-ной хлопчатобумажной нити (48±4) текс, то нить должна соприкасаться с сигаретой в месте отметки длины окурка, не изменяя ее положения. Счетчик числа затяжек устанавливают на нуль и каждую сигарету зажигают в начале ее первой затяжки. Для повторного зажигания используют электрическую ручную зажигалку. При достижении зоной тления отметки длины окурка сигареты гасят и записывают показание счетчика количества затяжек. После окончания процесса прокуривания окурки оставляют вставленными еще минимум 30 с, чтобы создать возможность остаткам дыма осесть в ловушке. Во избежание нарушения процесса прокуривания не допускается принудительное удаление пепла. Пепел должен самостоятельно падать в пепельницу.

При необходимости сразу вставляют новые сигареты, и процесс прокуривания повторяют до тех пор, пока на ловушку для дыма не будет прокурено предусмотренное планом количество сигарет. Сразу же после прокуривания определяют количество влажного конденсата, как описано в 7.7.

7.7 Определение содержания влажного конденсата

Ловушки для дыма снимают с курительной машины руками в перчатках. При необходимости держатели сигарет удаляют из ловушек для дыма. Переднее и заднее отверстия ловушки закрывают конечными колпачками по 5.8. После прокуривания сигарет без фильтра рекомендуется снимать держатель сигарет с ловушкой для дыма стороной для вставки сигарет вниз для того, чтобы предотвратить возможное загрязнение фильтра волокнами табака.

Ловушки для дыма сразу взвешивают с точностью до 0,1 мг.

На обратной стороне каждого фильтра из стекловолокна проверяют наличие коричневых пятен, которые свидетельствуют о перегрузке фильтра или о его повреждении. Каждый фильтр, который имеет такие пятна или повреждения, бракуют.

Фильтр из стекловолокна диаметром 44 мм в состоянии удерживать до 150 мг влажного конденсата. Фильтр диаметром 92 мм в состоянии удерживать 600 мг влажного конденсата. Если в процессе прокуривания это количество будет превышено, то количество сигарет на каждую ловушку для дыма уменьшают, а расчет проводят соответственно измененному количеству прокуренных сигарет.

7.8 Расчет содержания влажного конденсата

Содержание влажного конденсата на каждый канал $m_{\text{ТРМ}}$, в миллиграммах на сигарету, рассчитывают по формуле

$$m_{\text{ТРМ}} = \frac{m_1 - m_0}{q}, \qquad (2)$$

где m_0 — масса ловушки для дыма перед прокуриванием, мг;

m_1 — масса ловушки для дыма после прокуривания, мг;

q — количество прокуренных сигарет на ловушку для дыма.

7.9 Обработка влажного конденсата

7.9.1 Метод экстракции

Конечные колпачки снимают с ловушек для дыма, ловушки для дыма открывают, фильтры вынимают с помощью пинцета. Работать следует в перчатках. Фильтры из стекловолокна с влажным конденсатом складывают вдвое внутрь конденсатом. При этом их можно осторожно трогать только за концы при помощи пинцета или руками в перчатках. Сложенный фильтр помещают в сухую коническую колбу (максимальный объем 150 см^3 для фильтра диаметром 44 мм и 250 см^3 для фильтра диаметром 92 мм). Растворитель (изопропанол, содержащий внутренние стандарты для определения никотина и воды) отмеряют пипеткой в колбу объемом 20 см^3 для фильтра диаметром 44 мм или 50 см^3 для фильтра диаметром 92 мм в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51974 и ГОСТ Р 51973.

Внутреннюю поверхность ловушки вытирают двумя отдельными четвертями кондициониро-

ванного неиспользованного фильтра, который помещают в ту же колбу. Колбу сразу же закрывают и помещают в электрическое вибрационное устройство, где ее встряхивают в течение 20 мин. При этом фильтры из стекловолокна не должны расщепляться на волокна. Время встряхивания регулируют для обеспечения полной экстракции никотина и воды.

С целью определения содержания воды в холостом опыте с отдельно подготовленными ловушками проводят те же операции.

7.9.2 Определение содержания воды

Определение содержания воды в растворе каждой колбы проводят по ГОСТ Р 51973.

Содержание сухого конденсата m_{DPM}, в миллиграммах на сигарету, рассчитывают для каждой ловушки для дыма по формуле

$$m_{DPM} = m_{TPM} - m_W, \quad (3)$$

где m_{TPM} — содержание влажного конденсата, мг/сиг.;

m_W — содержание воды во влажном конденсате, мг/сиг.

7.9.3 Определение содержания никотина

Определение содержания никотина в растворе каждой пробы проводят по ГОСТ Р 51974.

Содержание смолы m_{NFDPM}, в миллиграммах на сигарету, рассчитывают для каждой ловушки для дыма по формуле

$$m_{NFDPM} = m_{DPM} - m_n, \quad (4)$$

где m_{DPM} — содержание сухого конденсата, мг/сиг.;

m_n — содержание никотина во влажном конденсате, мг/сиг.

8 Отчет об испытаниях

В отчете об испытаниях должны быть данные об использованных методах и полученные результаты. Он должен содержать все данные о рабочих условиях, которые отличаются от указанных в настоящем стандарте или которые являются необязательными, а также об условиях, которые могли бы повлиять на полученные результаты. Отчет об испытаниях должен включать все детали для точной идентификации пробы. Информация, приведенная в пунктах а) — г), при необходимости должна быть отражена в отчете.

а) Характеристика сигарет

Должны быть указаны сведения, достаточные для идентификации сигарет. При отборе проб на рынке приводят следующие данные:

- наименование изготовителя, страну-изготовитель;
- название марки сигарет;
- количество пачек, отобранных в один день;
- указание на налоговые обозначения любого вида;
- указание содержания компонентов дыма на пачке (если имеется);
- длину сигарет;
- длину фильтра;
- длину ободка.

б) Сведения об отборе проб:

- метод отбора проб;
- дата отбора проб;
- место отбора проб или закупки;
- тип места отбора проб;
- точка отбора проб (например, адреса торговых пунктов в розничной торговле или номера сигаретных машин);
- количество сигарет в лабораторной пробе.

в) Условия испытаний:

- ссылка на настоящий стандарт;
- дата испытаний;
- тип используемой курительной машины;
- тип используемой ловушки для дыма;

- общее число прокуренных сигарет;
- количество сигарет, прокуренных на одну ловушку для дыма;
- длина окурка;
- температура в помещении в градусах Цельсия во время прокуривания;
- относительная влажность воздуха в процентах во время прокуривания;
- атмосферное давление в килопаскалях во время прокуривания.

г) Результаты испытаний

Состав лабораторных данных зависит от целей исследования, а также от уровня оснащенности лабораторий. На основании лабораторных данных должен быть рассчитан доверительный интервал прежде, чем будет проведено округление данных.

Лабораторные данные:

- средняя длина сигарет с точностью до 0,1 мм;
- средняя длина фильтра с точностью до 0,5 мм;
- средняя длина ободка с точностью до 0,5 мм;
- длина окурка, до которой прокуривались сигареты;
- средний диаметр сигареты с точностью до 0,01 мм;
- среднее количество затяжек на сигарету для каждого канала с точностью до 0,1 затяжки;
- содержание влажного конденсата в миллиграммах на сигарету для каждого канала с точностью до 0,1 мг и среднее содержание на сигарету с точностью до 1 мг;
- содержание сухого конденсата в миллиграммах на сигарету для каждого канала с точностью до 0,1 мг и среднее содержание на сигарету с точностью до 1 мг;
- содержание смолы в миллиграммах на сигарету для каждого канала с точностью до 0,1 мг и среднее содержание на сигарету с точностью до 1 мг.

9 Сходимость и воспроизводимость

Исследования, проведенные в 1990 г. на шести пробах с участием 30 лабораторий, установили следующие значения сходимости r и воспроизводимости R этого метода.

При правильном применении метода разница между двумя отдельными результатами, полученными одним и тем же испытателем на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени и при наличии равноценных сигарет, может превышать значение сходимости r в среднем не более чем один раз в 20 случаях.

Разница результатов, полученных двумя лабораториями на равноценных пробах при правильном применении метода, может превышать значение воспроизводимости R в среднем не более чем один раз в 20 случаях.

Обобщенные результаты исследований приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значение сходимости и воспроизводимости

В миллиграммах на сигарету

Среднее содержание смолы	Значение	
	сходимости r	воспроизводимости R
0,82	0,40	0,60
1,61	0,52	0,74
3,31	0,52	0,90
7,70	0,88	1,51
12,61	1,06	1,70
17,40	1.19	1,84

Для вычисления сходимости и воспроизводимости один результат испытаний был выбран в качестве среднего значения, полученного при прокуривании 20 сигарет за одну операцию прокуривания.

Воздействие других факторов на сходимость и воспроизводимость рассмотрено в отчете КОРЕСТА 91/1.

Отклонения, вызванные отбором проб, приведены в ГОСТ 30039.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Планы прокуривания

В большинстве случаев результаты прокуривания позволяют проводить сравнение марок сигарет. Это сравнение должно проводиться на основании предварительно разработанных планов прокуривания.

В планах прокуривания должно учитываться следующее:

а) производительность и различное конструктивное исполнение курительных машин, количество каналов;

б) поглотительная способность ловушек для дыма. Она определяется количеством сигарет, которые могут быть прокурены на каждый канал;

в) тип сигарет. Для сигарет с высоким содержанием конденсата целесообразно уменьшить количество сигарет, прокуриваемых на каждый канал;

г) требуемая точность. Результаты прокуривания подвержены определенным колебаниям, поэтому распределение проб марок в каждом цикле прокуривания и циклов прокуривания во времени должно снизить воздействие неконтролируемых или плохо поддающихся контролю факторов (механических или ошибок персонала). Обычно точность измерения растет с увеличением объема пробы для анализа.

Количество N сигарет в пробе для анализа зависит от многих факторов, в особенности:

- желаемой точности;
- времени прокуривания, которое зависит от производительности курительной машины.

После предварительного выбора N, как это записано в 7.1, принимая во внимание преимущественные факторы, каждое конкретное значение N рассчитывают для каждого испытания. При этом учитывают условия, характеризующие это испытание, которые находятся по отношению друг к другу в следующей зависимости:

$$tN = scq, \qquad (A.1)$$

где t — количество марок, которые следует сравнить;

N — количество сигарет в пробе для анализа;

s — количество процессов прокуривания, которые следует провести;

c — количество каналов курительной машины;

q — количество сигарет, которые прокуривают на одну ловушку.

Приведенные ниже в качестве примера планы прокуривания соответствуют следующим задачам:

а) Пример 1: Сравнение двух марок сигарет на одноканальной курительной машине. Ловушка для дыма рассчитана на конденсат пяти сигарет.

б) Пример 2: Сравнение трех марок сигарет на одноканальной курительной машине. Ловушка для дыма рассчитана на конденсат 20 сигарет.

в) Пример 3: Сравнение двух марок сигарет на четырехканальной курительной машине. Ловушка для дыма рассчитана на конденсат пяти нормальных сигарет. В случае, если испытываемые сигареты имеют высокое содержание конденсата (например, свыше 30 мг на сигарету), количество прокуриваемых сигарет должно быть уменьшено до трех.

г) Пример 4: Сравнение 20 марок сигарет на двадцатиканальной курительной машине. Ловушка для дыма рассчитана на конденсат пяти сигарет со средним его содержанием. Требуется повышенная точность.

д) Пример 5: Сравнение пяти марок сигарет на двадцатиканальной курительной машине. Ловушка для дыма рассчитана на конденсат пяти нормальных сигарет. Требуется повышенная точность.

Пример 1: Сравнение двух марок сигарет на одноканальной курительной машине

Количество марок . . . . . $t = 2$ (A, B)
Количество сигарет в пробе для анализа . . . . . $N = 40$
Количество сигарет на один канал. . . . . $q = 5$
Количество каналов. . . . . $c = 1$
Количество прокуриваний . . . . . $s = 16$ (1, 2, . . . , 16)
Количество прокуренных сигарет . . . . . $2 \times 40 = 16 \times 1 \times 5$

Количество подлежащих прокуриванию сигарет N равно 40 для каждой марки, так что продолжительность процесса прокуривания не будет слишком долгой. Каждый цикл прокуривания включает в себя только одну пробу. Процессы прокуривания распределены по времени, причем следующая последовательность повторяется четыре раза (k представляет следующие друг за другом значения 0, 4, 8, 12).

Процесс прокуривания	Марка
$1 + k$	A
$2 + k$	B
$3 + k$	B
$4 + k$	A

Пример 2: Сравнение трех марок сигарет на одноканальной курительной машине

Количество марок . . . . . $t = 3$ (A, B, C)
Количество сигарет в пробе для анализа . . . . . $N = 60$
Количество сигарет на один канал. . . . . $q = 20$
Количество каналов. . . . . $c = 1$
Количество прокуриваний. . . . . $s = 9$ (1, 2, . . . , 9)
Количество прокуренных сигарет . . . . . $3 \times 60 = 9 \times 1 \times 20$

Каждый процесс прокуривания включает в себя только одну пробу. Процессы прокуривания распределены по времени и проводятся в определенном порядке, например, с помощью матрицы следующей формы:

B A C
C B A
A C B

Процесс прокуривания	1 2 3 4 5 6 7 8 9
Марка	B A C C B A A C B

Пример 3: Сравнение двух марок сигарет на одной четырехканальной курительной машине

Количество марок . . . . . $t = 2$ (A, B)
Количество сигарет в пробе для анализа . . . . . $N = 48$
Количество сигарет на один канал. . . . . $q = 3$
Количество каналов. . . . . $c = 4$ (*a, b, c, d*)
Количество прокуриваний. . . . . $s = 8$ (1, 2, . . . , 8)
Количество прокуренных сигарет . . . . . $2 \times 48 = 8 \times 4 \times 3$

Каналы прокуривания были распределены между двумя марками при использовании следующей матрицы, которая построена для четырех марок, но может быть легко приспособлена для двух марок. (При этом, с одной стороны, A приравнивается к C и, с другой стороны, B к D. В этом случае все матрицы размерности g могут быть использованы для марок, которые являются подмножеством g).

A B C D
D C A B
B A D C
C D B A

Процесс прокуривания	Каналы			
	a	*b*	*c*	*d*
1	A	B	A	B
2	B	A	A	B
3	B	A	B	A
4	A	B	B	A
5	A	B	A	B
6	B	A	A	B
7	B	A	B	A
8	A	B	B	A

В каждом процессе прокуривания для каждой марки выделено два канала. Например, в шестом процессе прокуривания:

- сигарета марки A будет прокуриваться в каналах *d* и *c*;

- сигарета марки В будет прокуриваться в каналах *a* и *d*.

Каждая марка будет прокуриваться четыре раза в каждом из четырех каналов.

Пример 4: Сравнение двадцати марок сигарет на одной двадцатиканальной курительной машине

Количество марок . . . . . $t = 20$ (A, B, . . . , T)
Количество сигарет в пробе для анализа . . . . . $N = 100$
Количество сигарет на один канал. . . . . $q = 5$
Количество каналов. . . . . $c = 20$ ($a, b, . . . , t$)
Количество прокуриваний . . . . . $s = 20$ (1, 2, . . . , 20)
Количество прокуренных сигарет . . . . . $20 \times 100 = 20 \times 20 \times 5$

Каналы для прокуривания распределяются между двадцатью марками при использовании следующей матрицы:

Процесс прокуривания	Каналы																			
	a	*b*	*c*	*d*	*e*	*f*	*g*	*h*	*i*	*j*	*k*	*l*	*m*	*n*	*o*	*p*	*q*	*r*	*s*	*t*
1	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T
2	D	N	B	J	A	R	H	L	C	O	Q	F	S	K	T	I	E	P	M	G
3	I	A	M	E	K	Q	O	F	H	B	R	J	G	P	C	N	L	S	T	D
4	K	C	I	N	Q	H	M	A	J	F	S	R	B	O	G	L	D	T	P	E
5	B	J	H	S	F	M	P	K	N	A	T	C	R	Q	E	O	G	L	D	I
6	H	D	Q	M	C	S	F	P	T	G	O	E	K	A	I	J	B	N	R	L
7	E	L	G	Q	D	P	K	T	M	S	A	I	N	F	R	C	O	H	J	B
8	M	H	D	P	L	G	S	C	K	T	F	O	J	R	B	Q	I	E	N	A
9	L	Q	F	B	J	O	N	G	R	C	P	K	H	S	D	T	A	I	E	M
10	G	R	L	T	N	D	A	J	Q	H	E	B	O	M	K	F	S	C	I	P
11	N	E	T	I	O	B	J	R	F	K	C	G	L	D	H	M	P	O	A	S
12	C	O	K	F	B	J	Q	N	A	P	M	S	I	E	L	H	T	D	G	R
13	F	P	A	O	G	C	B	M	S	D	L	N	T	I	J	E	R	K	H	Q
14	P	T	R	H	S	N	D	E	G	I	J	M	F	L	Q	B	K	A	O	C
15	R	K	P	G	T	E	I	O	L	N	H	D	Q	C	S	A	J	M	B	F
16	T	G	E	C	I	K	L	S	O	M	D	Q	P	H	A	R	N	B	F	J
17	S	F	N	R	H	L	T	B	E	Q	I	A	C	J	P	D	M	G	K	O
18	Q	M	O	L	P	T	E	I	D	R	G	H	A	B	N	S	F	J	C	K
19	O	S	J	A	R	I	C	Q	P	E	B	T	D	G	M	K	H	F	L	N
20	J	I	S	K	M	A	R	D	B	L	N	P	E	T	F	G	C	J	Q	H

Все марки представлены в каждом процессе прокуривания. Более того, каждая марка прокуривается один раз в каждом из двадцати каналов.

Пример 5: Сравнение пяти марок сигарет на двадцатиканальной курительной машине

Количество марок . . . . . $t = 5$ (A, B, C, D, E)
Количество сигарет в пробе для анализа . . . . . $N = 200$
Количество сигарет на один канал. . . . . $q = 5$
Количество каналов. . . . . $c = 20$ ($a, b, . . . , t$)
Количество прокуриваний . . . . . $s = 10$ (1, 2, . . . , 10)
Количество прокуренных сигарет . . . . . $5 \times 200 = 10 \times 20 \times 5$

Каналы для прокуривания распределяются между пятью марками при использовании следующей матрицы:

D	B	E	A	C
A	D	B	C	E
B	A	C	E	D
C	E	D	B	A
E	C	A	D	B

Процесс прокуривания	Каналы																			
	a	*b*	*c*	*d*	*e*	*f*	*g*	*h*	*i*	*j*	*k*	*l*	*m*	*n*	*o*	*p*	*q*	*r*	*s*	*t*
1	D	B	E	A	C	C	E	D	A	B	E	C	B	A	D	B	D	A	C	E
2	A	D	B	C	E	A	C	E	B	D	C	E	A	D	B	A	B	D	E	C
3	B	A	C	E	D	E	B	C	D	A	A	D	C	B	E	D	E	C	A	B
4	C	E	D	B	A	B	D	A	E	C	D	B	E	C	A	E	C	B	D	A
5	E	C	D	A	B	D	A	B	C	E	B	A	D	E	C	C	A	E	B	D
6	C	A	E	B	D	B	A	D	E	C	D	A	B	C	E	E	C	A	D	B
7	E	C	B	D	A	D	B	E	C	A	B	D	A	E	C	C	T	D	B	A
8	D	E	C	A	B	A	D	C	B	E	E	B	C	D	A	B	A	C	E	D
9	A	B	D	E	C	C	E	A	D	B	A	C	E	B	D	A	D	B	C	E
10	B	D	A	C	E	E	C	B	A	D	C	E	D	A	B	D	B	E	A	C

В каждом процессе прокуривания каждая марка прокуривается на четырех каналах. Например, в цикле 7:
- марку A прокуривают на каналах *e, j, m, t*;
- марку B прокуривают на каналах *c, q, k, s*;
- марку C прокуривают на каналах *b, i, o, p*;
- марку D прокуривают на каналах *d, f, l, r*;
- марку E прокуривают на каналах *a, h, n, q*.

Каждая марка прокуривается дважды на каждом из 20 каналов.

Примечание — Не всегда имеется возможность равномерно прокуривать каждую марку на каждом канале. В данном случае потребовалось бы восемь процессов прокуривания, если бы количество сигарет в пробе для анализа составляло 160 шт. Как было показано выше, сигареты можно разделить на процессы прокуривания от 1 до 8. Тем самым, каждая марка прокуривается один или два раза в каждом из двадцати каналов.

УДК 663.974.001.4:006.354 ОКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: влажный конденсат, смола, дым сигарет, курительная машина, кондиционирование, прокуривание, очищающая затяжка, лабораторная проба, план прокуривания

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 10.01.2003. Подписано в печать 30.01.2003. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,40.
Тираж 193 экз. С 9503. Зак. 73.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru