ГОСТ Р 51974—2002
(ИСО 10315—2000)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сигареты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКОТИНА В КОНДЕНСАТЕ ДЫМА

Метод газовой хроматографии

Издание официальное

БЗ 7—2002/99

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. № 457-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой, кроме раздела 2, полный аутентичный текст ИСО 10315:2000 «Сигареты. Определение содержания никотина в конденсатах дыма. Метод газовой хроматографии» 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 . . . . .
2 Нормативные ссылки . . . . .
3 Сущность метода. . . . . .
4 Реактивы. . . . . .
5 Аппаратура . . . . . .
6 Методика испытаний . . . . . .
7 Обработка результатов. . . . . .
8 Сходимость и воспроизводимость . . . . . .
9 Альтернативные испытания на газовом хроматографе и анализ предостережений . . . . . .
10 Протокол испытаний. . . . . .
11 Использование настоящего метода для определения содержания воды газохроматографическим методом . . . . . .

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сигареты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКОТИНА В КОНДЕНСАТЕ ДЫМА

Метод газовой хроматографии

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

Дата введения 2004—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 Р 51976. 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 Р 51975 для определения суммы алкалоидов. В этом случае при выражении результатов испытаний указывают, что определение проводилось по ГОСТ Р 51975.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 51296—99 (ИСО 13276—97) Табак и табачные изделия. Определение чистоты никотина. Гравиметрический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты.

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

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

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

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.

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 %).

Издание официальное

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 ГОСТ Р 51296. Его хранят в темном месте при температуре от 0 до 4 °С.

Может быть использован никотин салицилат с известной степенью чистоты, которую проверяют по ГОСТ Р 51296.

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 Р 51976.

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 ИСО 4387 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 Р 51973. 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 *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.01.2003. Подписано в печать 11.02.2003. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65.
Тираж 214 экз. С 9717. Зак. 108.

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

gost.e-ecolog.ru