ГОСТ Р 51296—99
(ИСО 13276—97)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ НИКОТИНА

Гравиметрический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом табака, махорки и табачных изделий (ВНИИТТИ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 153 «Табак и табачные изделия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 июля 1999 г. № 209-ст

3 Настоящий стандарт, кроме разделов 2, 4 и 5, представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 13276—97 «Табак и табачные изделия. Определение чистоты никотина. Гравиметрический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура 2
6 Методика проведения анализа 2
7 Обработка результатов 3
8 Сходимость и воспроизводимость 3
9 Отчет о проведении испытаний 4
Приложение А Библиография 5

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ НИКОТИНА

Гравиметрический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты

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

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Стандарт описывает метод гравиметрического определения чистоты никотина с использованием 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 ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 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, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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 тигель с пористым дном из подвергнутого спеканию стеклянного порошка и использования шкафа или фильтрования через беззольный бумажный фильтр с последующим его прокаливанием.

4 Реактивы

Используют реактивы только аналитической чистоты.

4.1 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

4.2 Кремневольфрамовая кислота по НД [1], раствор концентрации 12 %. Растворить 12 г додека-кремневольфрамовой кислоты ($SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$) в 100 $см^3$ воды.

Примечание — Нельзя применять другие формы кремневольфрамовой кислоты, такие как $4H_2O \cdot SiO_2 \cdot 10WO_3 \cdot 3H_2O$ или $4H_2O \cdot SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 20H_2O$, так как они не образуют кристаллических осадков с никотином.

Издание официальное

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 4.2 разбавляют водой до 1000 см^3.

4.5 Никотин ($C_{10}H_{14}N_2$) по нормативной документации, раствор концентрации 0,1 мг/см^3.

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 эффективным осушителем.

5.6 Оборудование для фильтрования через стеклянный тигель с пористым дном.

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

5.6.2 Колба для фильтрования (колба Бюхнера) по ГОСТ 19908.

5.6.3 Вакуум насос.

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 выше 600 °С.

5.7.4 Печь муфельная, обеспечивающая температуру выше 600 °С.

5.8 Весы лабораторные с погрешностью взвешивания до 0,1 мг.

6 Методика проведения анализа

6.1 Осаждение

Отвешивают с точностью ±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 (4.2) и перемешивают. Стеклянную палочку не вынимают из стакана. Медленно приливают 15 см^3 раствора кремневольфрамовой кислоты (4.1) при постоянном помешивании палочкой. Накрывают каждый стакан вместе с палочкой часовым стеклом (5.3) и оставляют на ночь. Перед фильтрованием размешивают осадок для того, чтобы убедиться, что он быстро оседает и состоит из кристаллов. Проверяют полноту осаждения несколькими каплями раствора кремневольфрамовой кислоты.

6.2 Фильтрование

Фильтрование может проводиться по 6.2.1 или 6.2.2.

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

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

Взвешивают с точностью ±0,0001 г каждый тигель (m_1) и отфильтровывают осадок каждого стакана через тигель с использованием колбы Бюхнера (5.6.2) и вакуумнасоса (5.6.3). Чтобы осадок не остался на стенках стакана и стеклянной палочке их промывают примерно около трех раз раствором соляной кислоты (4.3) объемом по 15 см^3 и профильтровывают. Жидкость из колбы Бюхнера выливают.

Осадок в тигле промывают порциями раствора соляной кислоты (4.3) (для этого может потребоваться до 400 см^3), которую собирают и проверяют добавлением нескольких капель раствора никотина (4.4) 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 ±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 (4.3) объемом по 15 $см^3$ и профильтровывают. Жидкость выливают.

Осадок на фильтровальной бумаге промывают порциями раствора соляной кислоты (4.3), для этого может потребоваться до 400 $см^3$, которую собирают и проверяют добавлением нескольких капель раствора никотина (4.4) 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 ±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. Тигель 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.

Примечание — После проведения обугливания фильтровальной бумаги можно оставить тигель 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

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

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 образце, 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 среднее арифметическое значение пяти определений, рассчитанное до первого десятичного знака.

8 Сходимость и воспроизводимость

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

Значения сходимости (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 величину 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 сходимости и воспроизводимости

Тип никотина	Средняя чистота никотина, %	Сходимость 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 А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-3942—75 Кислота кремневольфрамовая. Технические условия

ОКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: никотин, гравиметрический метод, кремневольфрамовая кислота, табак, фильтрование, сходимость, воспроизводимость

gost.e-ecolog.ru