МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СИГАРЕТЫ

## Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

Издание официальное

БЗ 4—98/792

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14—98 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Грузия | Грузстандарт |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Разделы 1, 3, 4, 6—8 настоящего стандарта представляют собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 10362-1—91 «Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Часть 1. Метод газовой хроматографии»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 марта 1999 г. № 81 межгосударственный стандарт ГОСТ 30622.1—98 (ИСО 10362-1—91) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации 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 испытаний . . . . . 2
7 Обработка результатов . . . . . 3
8 Сходимость и воспроизводимость . . . . . 3
9 Протокол испытаний . . . . . 4
Приложение А Библиография . . . . . 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СИГАРЕТЫ

## Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

Cigarettes.
Determination of water in smoke condensates. Gas-chromatographic method

Дата введения 2000—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения воды в конденсате дыма сигарет. Прокуривание сигарет и сбор главной струи дыма проводят в соответствии с ГОСТ 30571. Данный метод применим и к определению воды в конденсате дыма, полученном нестандартным прокуриванием.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 5963—67 Спирт этиловый питьевой 95 %-ный. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия
ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 30039—98 (ИСО 8243—91) Сигареты. Отбор проб
ГОСТ 30571—98 (ИСО 4387—91) Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

## 3 Сущность метода

Растворение конденсата главной струи дыма в растворителе. Определение содержания воды в аликвотной пробе этого раствора методом газовой хроматографии и расчет содержания воды в конденсате дыма.

## 4 Реактивы

Используют только аналитически чистые реактивы.

4.1 Газ-носитель — гелий по НД или азот по ГОСТ 9293.

4.2 2-Пропанол по НД [1] (приложение А) с максимальным содержанием воды 1,0 мг/см$^3$.

4.3 Внутренний стандарт — этанол по ГОСТ 5963 или метанол по ГОСТ 6995 (степень чистоты не менее 99 %).

4.4 Экстрагирующий растворитель — 2-пропанол, содержащий 5,0 см$^3$ внутреннего стандарта на 1 дм$^3$.

4.5 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

4.6 Калибровочные растворы

Готовят четыре калибровочных раствора, диапазон концентрации которых должен включать ожидаемое содержание воды в анализируемой пробе (обычно менее 4 мг/см$^3$). Для этого определен-

Издание официальное

ные количества воды по 4.5 добавляют в растворитель по 4.4. Одним из этих калибровочных растворов должен быть растворитель без добавления воды (для холостого опыта).

Для предотвращения поглощения воды растворителем сосуд, содержащий его, должен быть снабжен ловушкой воды, а сосуды с растворами должны быть герметично закрыты. Сосуды с растворами перед применением тщательно перемешивают для обеспечения гомогенности. Калибровочные растворы готовят с использованием 2-пропанола одной и той же партии. Использование этих растворов проводят по 6.1.

## 5 Аппаратура

5.1 Хроматограф, оборудованный детектором по теплопроводности (катарометром) и записывающим устройством.

5.2 Колонка внутренним диаметром 2—4 мм и длиной 1,5—2 м. Стационарная фаза: Порапак Q, 1,147—0,175 мм.

5.3 Автоматическая дозирующая система, способная дозировать необходимый объем экстрагирующего растворителя.

Примечания

1 Колонку изготовляют из дезактивированной нержавеющей стали или другого материала, например, стекла или никеля. Возможно использование других стационарных фаз — Порапак QS или Хромосорб 102.

2 Стеклянную посуду и резиновые колпачки для сосудов до применения хранят в эксикаторе.

3 Дозирующую систему перед применением промывают растворителем в количестве не менее 50 $см^3$.

## 6 Методика испытаний

6.1 Контрольная проба

Контрольную пробу готовят, растворяя конденсат дыма, полученный прокуриванием определенного количества сигарет, в 20 $см^3$ экстрагирующего растворителя для фильтра диаметром 44 мм или в 50 $см^3$ экстрагирующего растворителя для фильтра диаметром 92 мм, для того чтобы получить концентрацию воды, соответствующую калибровочному графику по 6.3.

6.2 Подготовка приборов

Готовят и приводят в действие газовый хроматограф и автоматический пробоотборник (если он используется) в соответствии с инструкциями изготовителя. При этом необходимо убедиться, что пики воды, внутреннего стандарта и растворителя хорошо разделены. Готовят систему непосредственно перед испытанием путем введения в качестве активатора аликвотной пробы экстрагирующего растворителя, равной 0,002 $см^3$.

Рабочие условия:

| | |
|---|---|
| температура колонки | 170 °С (изотермическая) |
| температура инжектора | 250 °С |
| температура детектора | 250 °С |
| газ-носитель | гелий, 30 $см^3$/мин |
| объем растворителя | 0,002 $см^3$ |

Примечание — В качестве газа-носителя можно использовать азот.

6.3 Калибровка газового хроматографа

В газовый хроматограф вводят по очереди аликвотные пробы, равные 0,002 $см^3$, каждого калибровочного раствора. Записывают высоты пиков воды и внутреннего стандарта. Определение проводят минимум 2 раза.

Рассчитывают отношение высот пиков воды и внутреннего стандарта для каждого калибровочного раствора, включая чистый растворитель. Строят график зависимости концентрации воды и отношений высот пиков воды и внутреннего стандарта или рассчитывают уравнение линейной регрессии.

Калибровку проводят ежедневно. Аликвотную пробу средней концентрации вводят через каждые 20 определений. Если рассчитанная концентрация для этого раствора отличается более чем на 3 % от показателя первоначальной калибровки, то всю процедуру калибровки повторяют.

Примечание — Линия регрессии не проходит через начало координат из-за наличия воды в экстрагирующем растворителе. Если содержание воды в экстрагирующем растворителе превышает 1,0 мг/$см^3$, то его не используют.

6.4 Холостой опыт

Так как ловушки для дыма и растворители поглощают воду, необходимо определить ее количество при холостом опыте. Образцы для холостого опыта готовят, используя дополнительные ловушки (хотя бы две на 100 прокуриваний сигарет) так же, как и ловушки для сбора конденсата. Их устанавливают на машину, прокуривают при незажженных сигаретах и анализируют как и ловушки с конденсатом дыма.

6.5 Определение

Аликвоту анализируемой пробы объемом 0,002 $см^3$ из ловушек с конденсатом дыма и холостых ловушек вводят в газовый хроматограф.

Рассчитывают отношение высот пика воды и внутреннего стандарта.

Определение выполняют не менее двух раз в идентичных условиях и вычисляют среднее значение отношения.

## 7 Обработка результатов

Концентрацию воды в экстрактах ловушки для дыма и холостой ловушки рассчитывают, используя калибровочный график или уравнение линейной регрессии.

Содержание воды в конденсате дыма $W$, мг/сиг., рассчитывают по формуле

$$W = \frac{C_S - C_B}{N} \cdot V, \quad (1)$$

где $C_S$ — концентрация воды в ловушке для дыма, мг/$см^3$;

$C_B$ — концентрация воды в холостой ловушке, мг/$см^3$;

$N$ — количество сигарет, прокуренных за один курительный цикл, шт.;

$V$ — объем экстрагирующего растворителя, в котором растворили содержимое ловушки дыма, $см^3$.

Результаты выражают с точностью до 0,01 по каждому каналу и с точностью до 0,1 при расчете среднего значения на одну сигарету.

## 8 Сходимость и воспроизводимость

Исследования, проведенные в 1990 г. в широких масштабах на 6 пробах с участием 30 лабораторий при прокуривании сигарет в соответствии с ГОСТ 30571, установили следующие значения сходимости $r$ и воспроизводимости $R$.

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 проб сигарет, может превышать значение сходимости $r$ в среднем не чаще чем один раз в 20 случаях.

Результаты, полученные двумя лабораториями с равноценными пробами при правильном применении метода, должны отличаться один от другого в среднем не чаще одного раза в 20 случаях на разницу, превышающую значение воспроизводимости $R$.

Результаты исследований приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения сходимости и воспроизводимости

| Среднее значение содержания воды, мг | Сходимость, $r$, мг | Воспроизводимость, $R$, мг |
|---|---|---|
| 0,083 | 0,154 | 0,241 |
| 0,153 | 0,228 | 0,353 |
| 0,338 | 0,272 | 0,381 |
| 0,962 | 0,407 | 0,734 |
| 1,595 | 0,561 | 0,935 |
| 3,187 | 0,908 | 1,680 |

Для определения *r* и *R* результат испытания был определен как среднее значение, полученное при прокуривании 20 сигарет за одну операцию прокуривания. Отклонения, вызванные отбором проб, приведены в ГОСТ 30039.

## 9 Протокол испытаний

В протоколе указывают содержание воды в конденсате дыма каждой прокуренной сигареты, использованный метод с указанием всех условий, способных повлиять на результат (например, атмосферное давление во время прокуривания). Кроме этого указывают все подробности, необходимые для идентификации прокуренных сигарет.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

**Библиография**

[1] ТУ 6—09—402—87 2-Пропанол (изопропиловый спирт), х.ч.

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, содержание воды, конденсат сигаретного дыма, машина для прокуривания сигарет, фильтр из стекловолокна, аликвотная проба, калибровочный раствор, газовая хроматография, прокуривание

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.04.99. Подписано в печать 14.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57. Тираж 263 экз. С 2830. Зак. 411.

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

gost.e-ecolog.ru