ГОСТ 30438—96
(ИСО 3400—89)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма. Спектрометрический метод

Издание официальное

БЗ 1—98/58

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МГК 153 «Табак и табачные изделия», НПО «Табак»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 4 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
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 Настоящий стандарт, кроме разделов 2 и 4, представляет собой аутентичный текст ИСО 3400—89 «Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Спектрометрический метод»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 11 января 1999 г. № 2 межгосударственный стандарт ГОСТ 30438—96 (ИСО 3400—89) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

© 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 Аппаратура, материалы, реактивы 2
5 Отбор проб 2
6 Методика испытаний 2
6.1 Подготовка лабораторного образца 2
6.2 Проведение испытания 2
7 Обработка результатов 3
8 Протокол испытаний 3

ГОСТ 30438—96
(ИСО 3400—89)

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

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма.

Спектрометрический метод

Cigarettes. Determination of alkaloids
in smoke condensates. Spectrometric method

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к спектрометрическому методу определения содержания никотина в конденсате дыма сигарет в соответствии с ГОСТ ИСО 3308.

Метод применим к метаноловым и изопропаноловым растворам конденсата сигаретного дыма.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ ИСО 3308—97 Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определение и стандартные условия

ГОСТ 4328—77 Натрий гидроксид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетка с одной отметкой

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

Перегонка с паром аликвотной части метанолового или изопропанолового растворов конденсата сигаретного дыма в два этапа.

Подкисление раствора минеральной кислотой и удаление нейтральных и кислых веществ, уносимых с паром путем дистилляции. Затем дистилляция никотина на основе этого раствора после подщелачивания.

Спектрометрическое измерение поглощаемости дистиллята от щелочной дистилляции и расчет содержания никотина.

Издание официальное

4 Аппаратура, материалы, реактивы

Аппарат для перегонки с паром согласно инструкции изготовителя; вся система аппарата должна пройти испытания в соответствии с методом, указанным в 6, с помощью раствора чистого никотина при максимально предполагаемом уровне. Обнаружение добавленного никотина должно быть не менее 98 % теоретической величины, в противном случае необходимо откорректировать процесс выделения, изменив скорость дистилляции. Для обычных испытаний можно использовать никотиновую соль, откалиброванную относительно чистого никотина.

Спектрометр длиной волны от 230 нм до 290 нм по нормативной документации.

Кюветы кварцевые спаренные с оптической длиной 1 см.

Колбы мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 5, 10, 25 см^3 по ГОСТ 29169.

Воронки стеклянные диаметром около 55 мм по ГОСТ 23932.

Бумага фильтровальная быстрой фильтрации по ГОСТ 12026.

Гидроксид натрия по ГОСТ 4328 (раствор NaOH равен 8 моль/дм^3).

Кислота серная по ГОСТ 14262 (раствор H_2SO_4 равен 1 моль/дм^3 и 0,025 моль/дм^3).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 30039.

6 Методика испытаний

6.1 Подготовка лабораторного образца

Образец (метаноловый или изопропаноловый раствор конденсата сигаретного дыма) готовится в соответствии с приложением В ГОСТ 30571.

6.2 Проведение испытания

6.2.1 *Число измерений*

Проводят по два измерения каждого образца в идентичных условиях.

6.2.2 *Отбор образца для испытания*

Для получения образца берут аликвотную часть метанолового или изопропанолового раствора конденсата дыма, соответствующую 3—5 мг никотина. Эта методика применима для конденсата дыма, полученного от сигарет с содержанием никотина около 1,5 мг на сигарету. Соответственно необходимо откорректировать аликвоту объема V_1.

6.2.3 *Процесс перегонки*

Во время перегонки при добавлении гидроксида натрия следует соблюдать осторожность.

Образец для испытания переносят в перегонную колбу аппарата. Добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты, равный 1 моль/дм^3, и приступают к перегонке. Собрав 100 см^3 дистиллята в химический стакан, убирают его и дистиллят выливают. Вставляют оттонную трубку в мерную колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 10 см^3 раствора серной кислоты. Конец трубки должен быть погружен в кислоту. В перегонную колбу медленно добавляют 5 см^3 раствора гидроксида натрия. Собирают 220—230 см^3 дистиллята. Колбу убирают, промыв трубку небольшим количеством воды. Останавливают процесс перегонки и промывают аппарат. Убедившись, что колба достигла комнатной температуры, доливают ее дистиллированной водой до отметки (объем V_2). Раствор взбалтывают и используют для спектрометрического определения содержания никотина. Если раствор мутный, его фильтруют.

Примечания

1 Первые 150 см^3 фильтрата удаляют или перед фильтрацией фильтровальную бумагу промывают достаточным количеством воды, высушивают и собирают весь фильтрат.

2 Величины, указанные в этом пункте, зависят от типа применяемого аппарата. При использовании другого аппарата эти величины могут быть изменены для получения одинаковых результатов.

6.2.4. *Определение количества никотина в дистилляте*

С помощью спектрометра измеряют поглощающую способность раствора при длине волны 236, 259, 282 нм в сравнении со стандартным раствором, приготовленным из 10 см³ серной кислоты (раствор 1 моль/дм³), разбавленной водой до 250 см³.

Если поглощение при длине волны 259 нм превышает 0,7, разбавляют определенное количество раствора (V_3) до нужного объема (V_4) раствором серной кислоты (0,025 моль/дм³) и измеряют его поглощающую способность.

Вместо определения никотина в растворе сырого конденсата можно проводить прямую дистилляцию с помощью фильтрующих дисков из стекловолокна, если они применялись для улавливания дыма. Вставляют соответствующее количество фильтрующих дисков в перегонную колбу, добавляют 20 см³ метанола или изопропанола и встряхивают ее несколько раз. Далее выполняют процедуру по 6.2.3.

Примечание — Если используют этот метод, то в формуле (1) V_0 и V_1 не учитывают.

7 Обработка результатов

7.1 Метод расчета

7.1.1 *Содержание никотина*

Содержание никотина $H_{ник}$, мг/сиг, для каждого прокуривания вычисляют по формуле

$$H_{ник} = \frac{A \cdot V_0 \cdot V_2 \cdot V_4}{a \cdot l \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot n}, \qquad (1)$$

где a — поглощение (коэффициент удельной абсорбции) никотина в 0,025 моль/дм³ раствора серной кислоты (т. е. при максимальном поглощении 259 нм);

A — исправленная величина поглощения (гашение), рассчитанная из величин поглощения, измеренных при 236, 259 и 282 нм;

$$A = 1{,}059\left(A_{259} - \frac{A_{236} + A_{282}}{2}\right);$$

l — оптическая длина кюветы, см;

V_0 — объем метанолового или изопропанолового раствора сырого конденсата дыма, см³;

V_1 — аликвота объема V_0, применяемая при дистилляции, см³;

V_2 — объем дистиллята при щелочной дистилляции, см³;

V_3 — аликвота дистиллята V_2, применяемая для дальнейшего разбавления до V_4, см³;

V_4 — объем, до которого разбавляется аликвота V_3 дистиллята, см³;

n — количество сигарет, прокуренных в ловушку.

7.1.2 *Среднее содержание никотина на серию прокуриваний*

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов, полученных для каждой ловушки.

7.1.3 *Среднее содержание никотина для всего образца*

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов, полученных для каждой серии прокуриваний.

7.1.4 *Обработка результатов*

Содержание никотина в мг на сигарету определяют с точностью до 0,01 мг для каждого отдельного прокуривания и для каждой серии прокуриваний.

Среднее значение содержания никотина в миллиграммах на сигарету всего образца вычисляют с точностью до 0,1 мг или с точностью до 0,01 мг, если указывается доверительный интервал.

8 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должен быть указан применяемый метод и полученные результаты. Кроме того, необходимо указать другие условия испытаний, не предусмотренные данным стандар-

том, которые могут оказать влияние на результат. Протокол также должен содержать следующую информацию:

- описание испытуемого изделия;
- метод отбора образцов (количество сигарет, дату и место закупки или отбора);
- результаты испытаний;
- обозначение настоящего стандарта;
- дату испытаний.

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, определение, конденсат, дым, никотин, перегонка паром, дистиллят

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *В. И. Матюшенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.01.99. Подписано в печать 05.02.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,57.
Тираж 304 экз. С 1886. Зак. 230л

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru