ГОСТ 30038—93
(ИСО 2881—77)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛКАЛОИДОВ В ТАБАКЕ

Спектрофотометрический метод

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-производственным объединением «Табак»

2 ВНЕСЕН Госстандартом России

3 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 — 93 от 21.10.93)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Киргизстан	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная Государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

4 Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2881—77 «Табак и табачные изделия. Определение алкалоидов в табаке. Спектрофотометрический метод» и полностью ему соответствует

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛКАЛОИДОВ В ТАБАКЕ

Спектрофотометрический метод

ГОСТ 30038—93

(ИСО 2881—77)

Tobacco and tobacco products. Determination of alkaloids in tobacco. Spectrophotometric method.

ОКСТУ 9724

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на определение никотина в табаке при проведении научно-исследовательских работ, а также в табаке и табачных изделиях, если в нормативно-технической документации на них установлены нормы содержания никотина.

Настоящий стандарт устанавливает эталонный метод спектрофотометрического определения содержания алкалоидов в табаке. Данный метод применяют к необработанному и обработанному табаку и табачным изделиям.

1. Сущность метода

Измельченную пробу табака подвергают перегонке с водяным паром в сильном щелочном растворе, затем проводят спектрофотометрическое определение содержания алкалоидов в дистилляте и вычисление процентного содержания в пересчете на никотин.

2. Реактивы

Используемые реактивы должны быть химически чистыми.

2.1. Натрий хлористый.

2.2. Натрия гидроокись, раствор молярной концентрации, $c(NaOH)= 8$ моль/дм^3 (8 н.).

2.3. Кислота серная, раствор молярной концентрации, $c(1/2\ H_2SO_4)=2$ моль/дм^3 (2 н.).

2.4. Кислота серная, раствор молярной концентрации, $c(1/2\ H_2SO_4)=0{,}05$ моль/дм^3 (0,05 н.).

3. Аппаратура

3.1. Весы аналитические.

3.2. Сито размером ячеек 500 мкм по ГОСТ 6613.

3.3. Мельница для измельчения пробы табака, не вызывающая заметного повышения температуры.

3.4. Шкаф сушильный с естественной вентиляцией.

3.5. Колбы мерные с одной отметкой с притертой пробкой вместимостью 250 см^3, отвечающие требованиям класса А ГОСТ 25336.

3.6. Колбы мерные с одной отметкой с притертой пробкой вместимостью 100 см^3, отвечающие требованиям класса А ГОСТ 25336.

3.7. Пипетки, вместимостью 25 см^3, 4-го класса точности по НТД.

3.8. Воронки стеклянные диаметром около 55 мм.

3.9. Бумага фильтровальная быстровпитывающая.

3.10. Прибор для перегонки с водяным паром по НТД или другой прибор аналогичного типа.

3.11. Спектрофотометр с диапазоном волн 230—290 нм.

3.12. Кюветы кварцевые с оптической длиной 1 см.

Примечание. Спектральная поглощающая способность кювет должна быть одинаковой, в противном случае следует внести соответствующую поправку.

4. Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 30039, ГОСТ 30040.

5. Метод испытания

5.1. Приготовление пробы

Лабораторную пробу, отобранную случайным образом, как указано в разд. 4, нужно разделить на две пробы для испытаний.

Если определение алкалоидов проводится одновременно с определением конденсата дыма, то пробу для испытаний отбирают после того, как была отобрана проба для определения конденсата дыма.

До начала испытаний проба должна быть защищена от воздействия атмосферной влаги.

Перед измельчением пробу для испытаний высушивают в сушильном шкафу при температуре не выше 40 °С. Измельченная проба должна проходить через сито размером ячеек 500 мкм. Часть измельченной пробы оставляют для определения содержания влаги.

Примечание. Если для испытания берут сигареты, то перед измельчением удаляют бумагу и фильтр.

5.2. Определение

Для точности анализа проводят два независимых определения в одинаковых условиях.

Примечание. Значения величин, полученные при определении, относятся к используемому здесь типу прибора. Если используется другой прибор, то эти значения величин должны быть изменены с учетом того, чтобы полученные результаты были бы такими же.

5.2.1. *Проба для анализа*

Пробу для анализа отбирают из тщательно перемешанной измельченной пробы для испытаний в количестве от 0,2 до 2,0 г и взвешивают с точностью до 0,001 г (масса пробы зависит от предполагаемого содержания алкалоидов).

5.2.2. *Определение содержания влаги*

Содержание влаги определяют по ГОСТ 3935 в той части измельченной пробы, которая оставлена для этой цели.

5.2.3. *Определение содержания алкалоидов*

5.2.3.1. *Перегонка*

Пробу для анализа переносят в перегонную колбу аппарата для перегонки с водяным паром и приливают в нее 5—25 см^3 дистиллированной воды, а также добавляют 20—40 г хлористого натрия и 5 см^3 раствора гидроокиси натрия.

Примечание. Количество хлористого натрия должно быть таким, чтобы осталось немного нерастворенной соли в конце перегонки.

Смесь перегоняют в мерную колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 10 см^3 раствора серной кислоты (2.3). Собирают 220—250 см^3 дистиллята и доливают дистиллированной водой до отметки (объем V_1). Если необходимо, фильтруют его через фильтровальную бумагу, чтобы избавиться от помутнения.

Примечание. Скорость перегонки должна составлять 10—12 см^3 дистиллята в минуту. Уровень жидкости в перегонной колбе не должен колебаться в период перегонки. При необходимости осуществляют дополнительное нагревание.

5.2.3.2. *Определение содержания алкалоидов в дистилляте*

Из мерной колбы пипеткой часть дистиллята объемом (V_2), обычно 25 см^3, переносят в другую мерную колбу вместимостью (V_3), обычно 100 см^3, и разбавляют до отметки серной кислотой (2.4). Приготовляют контрольный раствор (эталон), разбавляя 10 см^3 серной кислоты (2.3) дистиллированной водой вместимостью 250 см^3, а затем разбавляют согласно методике для дистиллята.

При помощи спектрофотометра измеряют поглощающую способность исследуемого раствора, используя контрольный раствор (эталон) при длине волн 236, 259 и 282 нм.

Если поглощение при длине волн 259 нм превышает 0,7, то измерение следует повторить при меньшем объеме V_2 на стадии разбавления.

6. Обработка результатов

6.1. Методы вычисления и формулы

Откорректированное значение спектральной поглощающей способности А (экстинция) вычисляют согласно полученным данным по формуле

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

где A_{236}, A_{259}, A_{282} — полученные значения спектральной поглощающей способности при длине волн 236, 259 и 282 нм.

Результат испытания вычисляют как процентное отношение к массе алкалоидов табака (в виде никотина) в пробе (относительно сухой массы).

$$\text{никотин, } \% = \frac{100A \cdot V_1 \cdot V_3}{aV_2lm\left(\frac{100 - b}{100}\right)}.$$

Примечание. Применяются также формулы, указанные ниже. Содержание никотина (c) в разбавленном дистилляте в миллиграммах никотина на см^3 раствора вычисляют по формуле

$$c = \frac{A}{al}.$$

Коэффициент поглощения (a), (a_{259}) вычисляют по формулам:

$$a = \frac{A}{cl}; \qquad a_{259} = 34{,}3.$$

Общее количество алкалоидов (C) в табаке, выраженное в миллиграммах никотина в пробе, вычисляют по формуле

$$C = \frac{AV_1V_3}{aV_2l},$$

где a — коэффициент поглощения никотина в серной кислоте (т. е. 34,3 при максимуме поглощения 259 нм);

A — спектральная поглощающая способность (экстинция);

b — остаточное содержание влаги в пробе, выраженное в процентах к ее массе;

C — общее количество алкалоидов в табаке, мг;

c — концентрация никотина в разбавленном дистилляте, мг/см^3;

l — оптическая длина кюветы, см;

m — масса пробы, используемой для перегонки, мг;

V_1 — объем дистиллята, см^3;

V_2 — часть дистиллята, используемая для последующего разбавления, см^3;

V_3 — вместимость колбы для разбавления, см^3.

6.2. Воспроизводимость результатов

Расхождение между двумя определениями, выполненными одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же лаборантом, не должно превышать 0,05 % никотина, выраженное как процентное отношение к массе пробы.

7. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

а) обозначение настоящего стандарта;

б) происхождение образцов и метод отбора проб;

в) количество образцов;

г) дату отбора образцов;

д) дату проведения испытаний;

е) среднее содержание влаги, выраженное в процентах к массе пробы с точностью до 0,5 %;

ж) содержание никотина (результат всех отдельных определений), выраженное в процентах к сухой массе проб с точностью до 0,01 %;

з) среднее значение никотина, выраженное в процентах к сухой массе с точностью до 0,01 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3935—81	5.5.2
ГОСТ 6613—86	3.2
ГОСТ 25336—82	3.5, 3.6
ГОСТ 30039—98	4
ГОСТ 30040—93	4

gost.e-ecolog.ru