
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
30570—
2015
(ISO 10315:2013)

СИГАРЕТЫ
Определение содержания никотина
в конденсате дыма
Метод газовой хроматографии

(ISO 10315:2013, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий» (ФГБНУ ВНИИТТИ) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 августа 2015 г. № 1168-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30570—2015 (ISO 10315:2013) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ИСО 10315:2013 Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии (Cigarettes — Determination of nicotine in smoke condensates — Gas chromatographic method, MOD), разработанному международным техническим комитетом ИСО/ТС 126, путем изменения содержания отдельных структурных элементов, которые выделены курсивом.

Наименование настоящего стандарта приведено в соответствие с наименованием международного стандарта.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов

6 ВЗАМЕН ГОСТ 30570—2003 (ИСО 10315:2000)/ГОСТ Р 51974—2002 (ИСО 10315:2000)

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода	2
4 Реактивы	2
5 Аппаратура	3
6 Методика испытаний	3
7 Обработка результатов	4
8 Повторяемость и воспроизводимость	4
9 Альтернативные <i>испытания</i> на газовом хроматографе и анализ предостережений	5
10 Протокол испытаний	5
Приложение А (справочное) Использование настоящего метода для газохроматографического определения содержания воды	6
Библиография	7

Введение

Настоящий стандарт является частью комплекса межгосударственных стандартов, которые устанавливают методы определения влажного и не содержащего никотин сухого конденсата в дыме сигарет. Этот комплекс содержит следующие межгосударственные стандарты: *ГОСТ ISO 3308*, *ГОСТ ИСО 3402*, *ГОСТ 30438*, *ГОСТ 30571*, *ГОСТ 30622.1*, *ГОСТ 31632*.

Так, *ГОСТ 30438* предусматривает метод определения суммы алкалоидов в конденсате дыма сигарет спектрометрическим методом в отличие от настоящего стандарта, который устанавливает определение только никотина на основе газохроматографического разделения.

Из-за присутствия в некоторых типах табака других алкалоидов кроме никотина может возникнуть разница в определении никотина этими методами.

В справочном приложении А описано применение метода настоящего стандарта одновременно с газохроматографическим методом определения воды по *ГОСТ 30622.1*.

Настоящий стандарт содержит библиографию.

Ни один режим машинного прокуривания не может отразить во всем разнообразии поведение человека при курении:

- рекомендуется, чтобы сигареты также исследовались в условиях иной интенсивности машинного прокуривания, чем установлено в настоящем стандарте;

- исследования с помощью машинного прокуривания целесообразны при характеристике содержания различных веществ в дыме для целей законодательного регулирования и разработки конструкции сигарет, но сообщение курильщику о результатах машинных измерений может быть им неправильно истолковано ввиду разницы в риске для здоровья между различными марками сигарет;

- данные о содержании различных веществ в дыме, полученные при машинном прокуривании, могут быть использованы как исходные для оценки опасности продукции, но они не предназначены для понимания как действительные, реальные измерения вреда и риска для человека. Распространение информации о различиях табачной продукции на основании результатов машинных измерений как разницы в воздействии или риске является ошибочным использованием исследований, выполненных с помощью комплекса межгосударственных стандартов.

СИГАРЕТЫ

Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

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

Дата введения* — 2016—01—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Использование настоящего стандарта может быть связано с опасными материалами, операциями и оборудованием. Настоящий стандарт не имеет цели обратить внимание на все проблемы безопасности, связанные с его использованием. Ответственностью пользователя настоящего стандарта является установление до момента его использования надлежащих действий, касающихся безопасности жизни и здоровья, и определение приемлемых законодательных ограничений.

1 Область применения

Настоящий стандарт *распространяется на сигареты* и устанавливает метод газохроматографического определения содержания никотина в конденсате сигаретного дыма. Прокуривание сигарет и сбор конденсата главной струи дыма — по *ГОСТ 30571*.

Примечания

1 Метод применим также для определения содержания никотина в конденсате дыма сигарет, прокуриваемых нестандартным методом.

2 При невозможности использовать газохроматографический метод допускается использование метода по *ГОСТ 30438* для определения суммы алкалоидов. В этом случае при выражении результатов испытаний указывают, что определение проводилось по *ГОСТ 30438*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ISO 3308—2015 Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия

ГОСТ ISO 3402—2003 Табак и табачные изделия. Атмосфера для кондиционирования и испытаний

ГОСТ 30438—2003 (ISO 3400:1997) Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод

ГОСТ 30571—2003 (ISO 4387:2000) Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смола) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

* Дату введения стандарта в действие на территории государств устанавливают их национальные органы по стандартизации.

ГОСТ 30622.1—2003 (ISO 10362-1:1999) *Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии*

ГОСТ 31632—2012 (ISO 8243:2006) *Сигареты. Отбор проб*

ГОСТ 32175—2013 (ISO 13276:1997) *Табак и табачные изделия. Определение чистоты никотина. Гравиметрический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты*

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Собранный конденсат основной 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 (CAS:7440-59-7) или азот (CAS:7727-37-9) высокой степени чистоты (не менее 99,999 %).

4.2 Газы дополнительные: воздух и водород (CAS:1333-74-0) высокой степени чистоты (не менее 99,999 %) для пламенно-ионизационного детектора.

4.3 2-пропанол (*изопропанол*) (CAS:67-63-0) с максимальным содержанием воды 1,0 мг/см³ по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

4.4 Стандарт внутренний: *n*-гептадекан (CAS:629-78-7) или хинальдин (CAS:91-63-4) (степень чистоты не менее 99 %) по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Карвон (CAS:99-49-0), *n*-октадекан (CAS:593-45-3) 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 тех 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 (раздел 9).

4.5 Растворитель экстракционный: 2-пропанол (4.3), содержащий внутренний стандарт (4.4), массовая концентрация которого должна быть от 0,2 до 0,5 мг/см³. Перед употреблением температуру экстракционного растворителя, не хранившегося в лабораторных условиях, доводят до (22 ± 2) °С.

4.6 Вещество стандартное: никотин (CAS:54-11-5) с известной степенью чистоты не менее 98 %. Его хранят в темном месте при температуре от 0 °С до 4 °С.

Может быть использован никотин салицилат (CAS:29790-52-1) с известной степенью чистоты, не менее 98 %.

П р и м е ч а н и е — Чистота никотина и никотина салицилата может быть проверена по ГОСТ 32175.

4.7 Градуировочные растворы

Никотин (4.6) растворяют в экстракционном растворителе (4.5) для получения не менее четырех градуировочных растворов, массовая концентрация которых должна охватывать область возможного содержания никотина в анализируемой пробе (как правило от 0,02 до 2,0 мг/см³).

Хранить градуировочные растворы следует в стеклянных колбах с пробками не более 24 ч в темном месте при температуре от 0 °С до 4 °С.

Экстракционный растворитель и градуировочные растворы, хранившиеся при низкой температуре, перед употреблением доводят до (22 ± 2) °С.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование: *весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,1 мг и устройство вибрационное электрическое*, а также:

5.1 Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, записывающим устройством и интегратором, или хроматограф газовый с альтернативными колонками (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, например из нержавеющей стали или никеля. Стационарная фаза: 10 %-ный полиэтиленгликоль 20000 с 2 %-ным гидроксидом калия на силанизированном, отмытом кислотой носителе с зернением от 150 до 190 мкм (раздел 9).

5.3 *Посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770:*

- колбы мерные с притертой пробкой вместимостью 25, 50 см³;

- колбы конические с притертой пробкой вместимостью 100, 250 см³.

6 Методика испытаний

6.1 Анализируемая проба

Анализируемую пробу готовят растворением конденсата дыма, полученного при прокурировании на курительной машине определенного количества сигарет, в 20 см³ растворителя (4.5) при диаметре фильтра 44 мм или в 50 см³ растворителя (4.5) при диаметре фильтра 92 мм. Объем анализируемой пробы может быть изменен для получения массовой концентрации никотина, соответствующей градуировочному графику (6.3), но его должно быть достаточно для проведения эффективной экстракции конденсата дыма. Определение проводят по возможности быстро, а в том случае если перерыв в работе необходим, то анализируемую пробу хранят в стеклянных колбах с пробками не более 24 ч в темном месте при температуре от 0 °С до 4 °С. *Стандартное прокуривание сигарет, отобранных по ГОСТ 31632 и кондиционированных по ГОСТ ИСО 3402, проводят по ГОСТ 30571 и ГОСТ ISO 3308.*

Примечание — Прокуривание сигарет проводят на обычной лабораторной курительной машине при стандартных условиях, указанных в ГОСТ ISO 3308.

6.2 Подготовка приборов

Для проведения определения по инструкции изготовителя настраивают газовый хроматограф (5.1), самописец или интегратор и автоматический пробоотборник (если его используют). При этом убеждаются в том, что пики растворителя, внутреннего стандарта, никотина и других компонентов дыма, особенно неопитадиена, который при некоторых обстоятельствах может оказаться на хвосте пика никотина, хорошо разделены (9.4).

Условия хроматографии:

температура колонки — 170 °С (изотермическая);

температура испарителя — 250 °С;

температура детектора — 250 °С;

газ-носитель азот или гелий — с расходом около 30 см³/мин;

объем анализируемой пробы — 0,002 см³.

При соблюдении указанных условий продолжительность определения составляет от 6 до 8 мин (раздел 9).

6.3 Градуировка газового хроматографа

Аликвотную часть (0,002 см³) каждого градуировочного раствора по 4.7 вводят в газовый хроматограф. Регистрируют площади пиков (или высоты) никотина и внутреннего стандарта (4.4). Анализ каждого калибровочного раствора проводят минимум два раза.

Рассчитывают отношения площади пиков (или высоты) никотина и внутреннего стандарта для каждого градуировочного раствора. Используя данные о массовой концентрации никотина и отношения площадей, строят градуировочный график или рассчитывают линейное уравнение регрессии (отношение массовой концентрации никотина к площади пиков). График должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат. Используют угловой коэффициент уравнения регрессии. Процесс градуирования проводят ежедневно. Кроме того, после анализа каждых 20 проб

вводят аликвотную часть градуировочного раствора средней массовой концентрации. Если рассчитанная для этого раствора массовая концентрация отличается более чем на 3 % от исходного значения, то повторяют весь процесс градуировки.

6.4 Проведение определения

Аликвотные части (по 0,002 см³) анализируемой пробы по 6.1 вводят в газовый хроматограф. Отношение между пиком никотина и пиком внутреннего стандарта рассчитывают на основе данных площади пиков (или высот). Проводят два параллельных определения одной и той же пробы, из которых рассчитывают среднее значение.

Если результаты определения получены из нескольких отдельных каналов прокуривания и использовался автоматический пробоотборник, то отобранные аликвоты каждой ловушки для дыма должны быть идентичными.

7 Обработка результатов

Массовую концентрацию никотина в анализируемой пробе рассчитывают при помощи градуировочного графика или линейного уравнения регрессии по 6.3. По массовой концентрации никотина в определенном объеме анализируемой пробы рассчитывают содержание никотина в конденсате дыма прокуренных сигарет, а из него — содержание никотина в одной сигарете. Результаты определения выражают в миллиграммах на сигарету по каждому каналу с точностью до 0,01 мг, а среднее значение — с точностью до 0,1 мг.

8 Повторяемость и воспроизводимость

Межлабораторный эксперимент, проведенный ISO в 1990 г. в международных масштабах на шести пробах и с участием 30 лабораторий, показал следующие значения повторяемости r и воспроизводимости R при прокуривании сигарет по ISO 4387 [1] и определении содержания никотина настоящим методом.

При правильном применении метода разница между двумя результатами определения, полученными одним оператором на одном и том же приборе в минимально возможные промежутки времени и при наличии однородных проб сигарет, не должна превышать значение повторяемости r более чем один раз в 20 случаях.

Результаты определения, 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 повторяемости r и воспроизводимости R приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Значения повторяемости и воспроизводимости

В миллиграммах на сигарету

Среднее содержание никотина	Повторяемость 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

П р и м е ч а н и е — Значения повторяемости r и воспроизводимости R применимы к указанным значениям среднего содержания никотина.

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 CORESTA 91/1 [2].

Отклонения, связанные с методом отбора проб, приведены в ГОСТ 31632.

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 повторяемости и воспроизводимости действительны для стандартных колонок. Соответствующих данных для альтернативных колонок нет.

9.2 Альтернативные колонки

9.2.1 Насадочные колонки

В качестве альтернативных стационарных фаз колонок по 5.2 могут применять:

- 2 %-ный версамид 900 с 1 %-ным гидроксидом калия, или
- 7 %-ный полиэтиленгликоль 20000 с 3 %-ным полифениловым эфиром (шестичленным), или
- меньшее количество полиэтиленгликоля 20 000 (с гидроксидом калия или без него).

9.2.2 Капиллярные колонки

Могут применять 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.

Деактивированные щелочью полиэтиленгликолевые стандартные фазы, такие как SAM, карбоваксамин, стабиловакс-DB и CP WAX-51, дают подобные результаты, как в случае использования набивных колонок с полиэтиленгликолем 20000 с добавкой гидроксида калия по 9.2.1.

Примечание — При использовании капиллярной колонки альтернативным газом-носителем является водород.

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 определения составляет от 7 до 8 мин.

9.4 Альтернативные внутренние стандарты

Альтернативные внутренние стандарты, такие как карвон, хинальдин и *n*-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 определение 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 прокуриваемую 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.

Приложение А
(справочное)

Использование настоящего метода для газохроматографического определения содержания воды

Настоящий метод может быть использован в сочетании или одновременно с методом газохроматографического определения содержания воды в конденсате дыма по *ГОСТ 30622.1*. 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 аликвотную часть раствора конденсата дыма вводят как в колонку, соединенную с детектором по теплопроводности, так и в колонку для определения никотина с предусмотренным в этом методе детектором.

Одновременное автоматическое определение воды и никотина может быть проведено с использованием системы делителя потока или автоматического дозатора с двумя отдельными устройствами ввода проб. Если определение содержания никотина и воды проводят в одной пробе отдельно, то в первую очередь определяют воду, чтобы предотвратить абсорбцию воды пробой, что может повлиять на конечный результат.

П р и м е ч а н и е — Если одновременно выполняют определение содержания никотина и воды, описанные сроки хранения градуировочных растворов и анализируемых проб могут изменяться. Следует применять более короткие сроки хранения, упоминаемые в одном из используемых методов.

Библиография

- [1] ISO 4387:1987* Cigarettes. Determination of total and nicotine-free dry particulate matter using a routine analytical smoking machine
(Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины)
- [2] CORESTA REPORT 91/1, Information Bulletin of Cooperation Centre for scientific research relative to tobacco, 1991-1 (ISSN-0525-6240)
(КОРЕСТА ОТЧЕТ 91/1, Информационная бюллетень Центра сотрудничества по научным исследованиям в сфере табака, 1991-1 (ISSN-0525-6240))

* Заменен на ISO 4387:2000.

Ключевые слова: сигареты, никотин, содержание в конденсате дыма, газовая хроматография, прокуривание, аликвотная часть, градуировочные растворы, массовая концентрация никотина

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2015. Подписано в печать 10.12.2015. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 33 экз. Зак. 4054.