

**ГОСТ Р 51358—99
(ИСО 8454—95)**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СИГАРЕТЫ

**Определение содержанияmonoоксида углерода
в газовой фазе сигаретного дыма с помощью
недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора**

Издание официальное

Б3.2-99/1070

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 153 «Табак и табачные изделия», Всероссийским научно-исследовательским институтом табака, махорки и табачных изделий (ВНИИТТИ)

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 24 октября 1999 г. № 426-ст

3 Разделы 1, 3 — 11 настоящего стандарта представляют собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 8454—95 «Сигареты. Определение содержанияmonoоксида углерода в газовой фазе дыма (NDIR метод)»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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 Определения | 1 |
| 4 Сущность метода | 1 |
| 5 Аппаратура | 1 |
| 6 Стандартные газовые смеси | 2 |
| 7 Отбор проб | 2 |
| 8 Методика испытаний | 2 |
| 9 Результаты испытаний | 3 |
| 10 Сходимость и воспроизводимость | 4 |
| 11 Отчет об испытаниях | 4 |

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКИЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сигареты

Определение содержанияmonoоксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора

Cigarettes. Determination of carbon monoxide in the vapour phase of cigarette smoke (NDIR method)

Дата введения 2000—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания monoоксида углерода (CO) в газовой фазе сигаретного дыма (NDIR метод).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 30039 (ИСО 8243) Сигареты. Отбор проб

ГОСТ 30571—98 (ИСО 4387) Сигареты. Определение содержания влажности и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

ГОСТ Р 50021—92 (ИСО 3402) Табак и табачные изделия. Атмосфера для кондиционирования и испытания

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

газовая фаза: Часть дыма, которая проходит через фильтр ловушки твердожидкой фазы во время прокуривания в соответствии с требованиями ГОСТ 30571 с применением курительной машины в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 3308;

очищающая затяжка: Любая затяжка, проведенная после того, как сигарета погашена или удалена из держателя.

4 Сущность метода

Прокуривание сигарет в соответствии с процедурой, приведенной в ГОСТ 30571. Сбор газовой фазы сигаретного дыма и измерение содержания monoоксида углерода с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора, калиброванного для monoоксида углерода. Расчет количества monoоксида углерода проводят на одну сигарету.

5 Аппаратура

Применяется обычная лабораторная аппаратура, а также:

5.1 Камера кондиционирования, обеспечивающая условия кондиционирования в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50021, для кондиционирования образца сигарет перед прокуриванием.

5.2 Обычная лабораторная машина для прокуривания сигарет (в комплекте), отвечающая требованиям ГОСТ ИСО 3308.

5.3 Система сбора газовой фазы дыма, которую можно присоединить к одному или нескольким каналам курительной машины. Система должна обеспечивать количественный сбор газовой фазы (выбрасываемой обычно в атмосферу) в предварительно освобожденный от воздуха контейнер и хранение ее с целью последующего отбора порций в (NDIR) анализатор.

Система сбора не должна создавать препятствия нормальной работе курительной машины и последующему определению содержания твердожидкой фазы и никотина. Герметичность контейнера, собирающего газовую фазу, должна быть проверена с помощью газовой смеси, содержащей от 4 до 6 % (объем/объем)monoоксида углерода, концентрацию которого измеряют непосредственно после заполнения газом предварительно освобожденного от воздуха контейнера. После истечения не менее двух часов измеренное значение концентрации monoоксида углерода газовой фазы в контейнере не должно отличаться более чем на 0,2 % от значения, полученного при первом измерении.

Если в качестве контейнера для сбора газовой фазы используют какой-либо плотный мешок для газа, то он должен быть достаточного объема, чтобы после заполнения давление в нем не превышало атмосферное.

П р и м е ч а н и е — Объем мешка не должен быть больше двойного объема газовой фазы, находящейся в нем при атмосферном давлении. На практике для сбора газовой фазы пяти сигарет необходим мешок объемом 3 дм³, а для сбора газовой фазы 20 сигарет — 10 дм³.

5.4 Недисперсный инфракрасный (NDIR) анализатор с автоматическим отбором пробы, откалибранный для измерения содержания monoоксида углерода в парах и газах.

Могут быть применены анализаторы различных производителей с рабочим диапазоном от ноля до 10 % (объем/объем) содержания monoоксида углерода и скоростью отбора проб от 0,5 до 2,0 дм³/мин, обеспечивающие точность измерений 1,0 % от полной шкалы, линейность 1 % от полной шкалы и значение воспроизводимости 0,2 % от полной шкалы при постоянных температуре и давлении. Его показание для 10 % (объем/объем) CO₂ не должно превышать 0,05 % (объем/объем) в пересчете на monoоксид углерода, а его показание для 2 % (объем/объем) водяного пара не должно превышать 0,05 % (объем/объем) в пересчете на monoоксид углерода.

5.5 Приспособление для прикуривания сигарет

Должно использоваться беспламенное прикуривание. Зажигалки должны поджигать сигареты с первой попытки без касания или обугливания сигареты.

5.6 Барометр, обеспечивающий измерение атмосферного давления с точностью 0,1 кПа.

5.7 Термометр, обеспечивающий измерение температуры с точностью 0,2 °C.

6 Стандартные газовые смеси

Для калибровки (NDIR) анализатора используют газы высокой чистоты и срока хранения, определенного производителем.

П р и м е ч а н и е — Не допускается использовать в газовой смеси другой газ, кроме азота, например гелий, так как при этом показания содержания monoоксида углерода будут неверными.

(NDIR) анализатор калибруют не менее чем тремя газовыми смесями с точно известными концентрациями в пределах относительной ошибки 2 %, охватывающими проверяемый диапазон таким образом, чтобы избежать экстраполяции калибровочной кривой. Обычно для этого подходят смеси с 1, 3 и 5 % (объем/объем) содержания monoоксида углерода в азоте.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 30039.

8 Методика испытаний

8.1 Кондиционирование

Пробу для анализа — лабораторную пробу кондиционируют в соответствии с ГОСТ Р 50021 до достижения равновесной влажности.

Во время кондиционирования необходимо, чтобы атмосферные условия в лаборатории были как можно ближе к условиям кондиционирования.

Помещают кондиционированную пробу в герметичный контейнер достаточно большого размера и извлекают из него каждую сигарету непосредственно перед прокуриванием.

8.2 Калибровка (NDIR) анализатора

8.2.1 Прогревают анализатор в соответствии с инструкцией изготовителя, пропускают его воздухом и выводят показания на ноль.

8.2.2 Наполняют предварительно освобожденный от воздуха контейнер для сбора газовой фазы стандартной газовой смесью, обычно 5,0 % (объем/объем)monoоксида углерода, повторно откачивают и вновь заполняют газом. Убеждаются, что газ в контейнере имеет температуру и давление окружающей среды. Вводят газ в измерительную камеру анализатора с помощью насоса отбора проб и выжидает 5–10 с для уравновешивания давления в анализаторе. После достижения стабильного значения считывают с индикатора показание концентрации.

Если необходимо, то проводят регулировку показаний прибора до его соответствия значению стандартной газовой смеси.

8.2.3 Процедуру по 8.2.2 повторяют по меньшей мере для двух других стандартных газовых смесей. Если разница между наблюдаемым и ожидаемым значениями отличается более чем на 0,2 % (объем/объем) monoоксида углерода, то нужно обратить внимание на линейность показаний анализатора.

8.2.4 Калибровку прибора повторяют, по крайней мере, один раз в неделю с помощью стандартных газов. Калибровка должна быть линейной в пределах, указанных в 5.4.

8.2.5 Калибровку проверяют перед измерением с использованием стандартного газа, содержащего около 5 % (объем/объем) monoоксида углерода. Если разница между показаниями прибора и значением стандартной смеси превышает 0,2 % (объем/объем) monoоксида углерода, то калибровку прибора повторяют.

8.3 Прокуривание и сбор газовой фазы

8.3.1 Подготовка системы для сбора газовой фазы дыма

Систему подготавливают в соответствии с прилагаемой инструкцией. Убеждаются, что система для сбора газовой фазы промыта окружающим воздухом и откачана перед началом процесса прокуривания. Не должно быть никакого остаточного количества воздуха перед началом прокуривания.

8.3.2 Методика прокуривания

8.3.2.1 Сигареты прокуривают в соответствии с ГОСТ 30571.

8.3.2.2 После завершения цикла прокуривания удаляют окурки из держателей и делают пять очищающих затяжек для каждой ловушки.

8.3.2.3 Регистрируют общее количество затяжек на каждом канале (затяжки прокуривания плюс очищающие затяжки).

8.4 Измерение объемной концентрации monoоксида углерода

8.4.1 Проверяют калибровку анализатора по 8.2.5 и вводят газовую фазу в измерительную камеру анализатора при тех же самых условиях окружающей температуры и давления, что и при сборе газовой фазы, и при той же самой скорости газа, что и при калибровке. Считывают показание анализатора, которое является концентрацией monoоксида углерода.

8.4.2 После каждого прокуривания контейнер для сбора газа освобождают и пропускают воздухом. После этого аппаратура готова для следующего прокуривания.

9 Результаты испытаний

9.1 Вычисление среднего объема monoоксида углерода на сигарету

Средний объем monoоксида углерода на сигарету $V_{\text{сиг}}$, см³, вычисляют по формуле

$$V_{\text{сиг}} = \frac{C \cdot V \cdot N \cdot p \cdot T_k}{S \cdot 100 \cdot p_{\text{ст}} \cdot (t + T_k)}, \quad (1)$$

где C — объемный процент содержания CO, считанный с анализатора;

V — объем затяжки, см³;

N — число затяжек (включая очищающие);

p — давление окружающего воздуха, кПа;

$p_{\text{ст}}$ — стандартное атмосферное давление, кПа;

S — число прокуренных сигарет;

t — окружающая температура, °C;

T_k — термодинамическая температура (температура тройной точки воды), K (кельвин).

Принимая $V = 35$ см³ и используя округленные значения $p_{\text{ст}} = (101,3$ кПа) и $T_k = (273$ K), формула (1) принимает вид

$$V_{\text{сиг}} = 0,9432 \frac{C \cdot N \cdot p}{S \cdot (t + 273)}. \quad (2)$$

9.2 Вычисление средней массыmonoоксида углерода на сигарету

Среднюю массу monoоксида углерода на сигарету $m_{\text{сиг}}$, мг, вычисляют по формуле

$$m_{\text{сиг}} = \frac{C \cdot V \cdot N \cdot p \cdot T_k \cdot M_{CO}}{S \cdot 100 \cdot P_{cr} \cdot (t + 273) \cdot V_m}, \quad (3)$$

где M_{CO} — молярная масса monoоксида углерода, г/моль;

V_m — молярный объем идеального газа, дм³/моль.

Принимая $V = 35$ см³ и используя округленные значения $M_{CO} = 28$ г/моль и $V_m = 22,4$ дм³/моль, формула (3) принимает вид

$$m_{\text{сиг}} = 1,179 \frac{C \cdot N \cdot p}{S \cdot (t + 273)}. \quad (4)$$

10 Сходимость и воспроизводимость

Совместные международные исследования на четырех образцах сигарет с участием 32 лабораторий, проведенные в 1993 году, дали следующие результаты для данного метода.

Разница между результатами двух испытаний, проведенных одним оператором на пробах идентичных сигарет за короткий период времени и на одном и том же оборудовании, может превысить значение сходимости (r) в среднем не более чем в одном случае из 20 при нормальном и правильном применении данного метода.

Результаты испытаний, полученные двумя лабораториями на образцах идентичных сигарет, могут отличаться друг от друга на значение, большее значения воспроизводимости (R), не более чем в одном случае из 20 при нормальном и правильном применении данного метода.

Результаты испытаний приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Результаты сходимости и воспроизводимости

| Среднее содержание monoоксида углерода, мг | Сходимость r , мг | Воспроизводимость R , мг |
|--|---------------------|----------------------------|
| 3,45 | 0,47 | 1,18 |
| 3,56 | 0,42 | 1,03 |
| 9,89 | 0,85 | 2,22 |
| 13,80 | 1,09 | 3,00 |

Для расчета r и R в качестве результата испытаний взято среднее значение, полученное при прокуривании 20 сигарет в одном цикле.

11 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен содержать ссылку на метод определения и полученные результаты. В нем должны быть отражены все отклонения от условий, указанных в данном стандарте, а также любые обстоятельства, могущие повлиять на результаты.

Отчет об испытаниях должен содержать все детали, необходимые для полной идентификации образца. По возможности необходимо привести следующую информацию:

11.1 Данные, характеризующие сигареты и идентификацию сигарет:

наименование изготовителя, страна-изготовитель;

наименование продукта;

дата отбора проб;

место закупки или отбора проб;

точка отбора проб;

характеристика точки отбора проб (адрес розничной продажи или номер сигаретной машины);

количество пачек, отобранных за день;

налоговая марка на пачке;

количество смолы и никотина, указанные на пачке (если имеется);

длина сигареты;

длина фильтра;

длина ободка.

11.2 Отбор проб:

применяемый метод отбора проб;
количество сигарет в лабораторной пробе;
дата и место покупки.

11.3 Описание испытаний:

ссылка на данный стандарт;
дата испытаний;
тип курительной машины;
тип анализатора;

количество сигарет, использованных для прокуривания за весь цикл испытаний;
количество сигарет, прокуриваемых на одну ловушку;
длина окурка;
комнатная температура (°C) во время прокуривания и анализа;
относительная влажность во время прокуривания (%);
атмосферное давление (кПа) во время прокуривания и анализа.

11.4 Результаты испытаний

Форма выражения результатов испытаний зависит от цели испытаний и уровня лабораторной точности. Доверительный интервал значений должен быть рассчитан на основании результатов испытаний до их округления.

Вычисляют следующие значения:

среднюю длину сигарет с точностью 0,1 мм;
среднюю длину фильтра с точностью 0,1 мм;

среднюю длину ободка с точностью 0,1 мм;

среднюю длину окурка, до которой сигареты были прокурены, с точностью 0,1 мм;

среднюю длину сгоревшей части сигареты с точностью 0,1 мм;

средний диаметр сигареты, мм;

среднее значение сопротивления затяжке кондиционированных сигарет;

среднюю массу кондиционированных сигарет, отобранных для прокуривания, мг/сиг.;

содержание влаги в кондиционированных сигаретах, в процентах к массе;

среднее число затяжек на сигарету для каждого канала с точностью до 0,1 затяжки;

среднее число общего количества затяжек для каждого канала, включая пять очищающих затяжек, с точностью до 0,1 затяжки;

считанная с прибора концентрацияmonoоксида углерода, выраженная в процентах по объему для каждого канала, с точностью до 0,01 % и средняя для сигареты с точностью до 0,1 %;

средняя концентрация monoоксида углерода в дыме, выраженная в процентах по объему для каждого канала, с точностью до 0,01 % и средняя для сигареты с точностью до 0,1 %;

содержание monoоксида углерода (мг/сиг. или см³/сиг.) для каждого канала с точностью 0,1 мг или 0,1 см³ и среднее содержание для сигареты с точностью 1 мг или 1 см³.

УДК 663.974.001.4:006.354

ОКС 65.160

Н89

ОКСТУ 9193

Ключевые слова: сигареты, дым, химический анализ, газовый анализ, определение содержания, monoоксид углерода

Редактор Т.П.Шашина
Технический редактор О.Н.Власова
Корректор М.С.Кабашова
Компьютерная верстка А.Н.Золотаревой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.12.99. Подписано в печать 23.12.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 342 экз. С 4119. Зак. 1052.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102