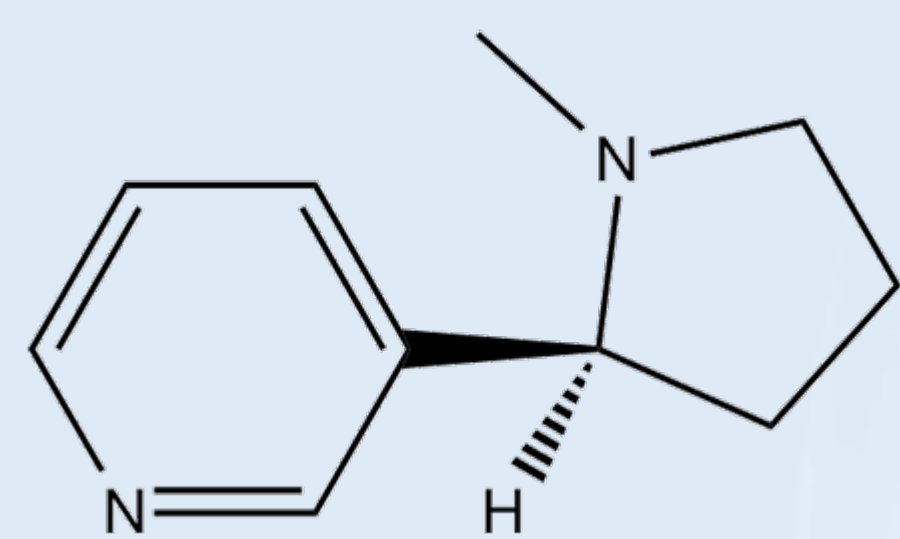




СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКОТИНА В
НИКОТИНСОДЕРЖАЩИХ ИЗДЕЛИЯХ ОРАЛЬНОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ И ЖИДКОСТЯХ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СИСТЕМ
КУРЕНИЯ

Ковшова Т.В., Шилова Н.А., Колосова-Шить Е.В., Крымская Т.П.

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены», г. Минск



Никотин относят к группе алкалоидов – азотсодержащих химических веществ с такими особенностями строения молекулы, которых нет у никотиновой кислоты.

В чистом виде это бесцветная маслянистая жидкость, быстро коричневеющая на воздухе, со жгучим вкусом и характерным неприятным запахом.

Никотин настолько ядовит, что одноразовая доза 0,1-0,2 г для человека смертельна. Но такое количество никотина не успевает накопиться в организме: он быстро выводится почками, и концентрация его при этом падает.



Необходим контроль содержания никотина в никотиносодержащей продукции в соответствии с ПОСТАНОВЛЕНИЕМ СОВЕТА МИНИСТРОВ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ от 6 января 2022 г. № 8 Об изменении постановления Совета Министров Республики Беларусь от 21 октября 2016 г. № 849 «О некоторых вопросах подтверждения соответствия в Национальной системе подтверждения соответствия Республики Беларусь».



Подлежат обязательной сертификации объекты обязательного подтверждения соответствия:

- нетабачные никотиносодержащие изделия орального способа потребления;
- никотиносодержащие жидкости для электронных систем курения, электронные системы курения с жидкостями для них, конструктивно входящими в состав таких систем.



Содержание никотина в жидкостях для электронных систем курения – не более 20 мг/мл.
В нетабачных никотиносодержащих изделиях орального способа потребления содержание никотина должно быть не более 11 мг в одном изделии.



НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ЗА СОДЕРЖАНИЕМ
НИКОТИНА В БЕЛАРУСИ

1. МВИ.МН 6328-2020 «Массовая доля никотина в нетабачных никотиносодержащих изделиях орального потребления. Методика измерений методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием».
2. СТБ 2601-2022 «Изделия никотинсодержащие нетабачные орального потребления. Общие технические условия».
3. ГОСТ Р 58109-2018 «Жидкости для электронных систем доставки никотина. Общие технические условия».

Методы характеризуются:

- похожей пробоподготовкой (экстракция никотина из подщелоченной пробы образца экстрагентом, содержащим внутренний стандарт);
- определением никотина на газовом хроматографе; оснащенном пламенно-ионизационным детектором;
- массовая концентрация никотина в экстрактах проб измеряется с помощью метода внутреннего стандарта с использованием предварительно построенных градуировочных зависимостей;
- массовая доля никотина в пробах прямо пропорциональна его массовой концентрации в экстрактах проб;
- методики имеют приемлемые метрологические характеристики.

Различия методов:

- различный тип хроматографических колонок. Согласно ГОСТ Р 58109-2018 используется полярная колонка, а при применении МВИ.МН 6328-2020, СТБ 2601-2022 - неполярная колонка, при этом меняется порядок выхода никотина и хинальдина;
- способ приготовления основного стандартного раствора. Согласно МВИ.МН 6328-2020 и СТБ 2601-2022 навеска никотина просто растворяется в экстрагирующем растворе, согласно ГОСТ Р 58109-2018 никотин экстрагируют из щелочного раствора экстрагентом.

Характеристики	ГОСТ Р 58109-2018	МВИ.МН 6328-2020 СТБ 2601-2022
Прибор	Газовый хроматограф с ПИД	Газовый хроматограф с ПИД
Колонка	-Капиллярная DB WAX (60м×0,32мм×0,25 мкм); -Насадочная (длина 2м, внутренний диаметр 3 мм, стационарная фаза -10% Carbowax 20 M (или полиэтиленгликоль 20000) с 2% гидроксидом калия на Chromation N-AW (или Хроматон) с зернением 80-100 меш)	-Капиллярная HP-5 (30м×0,32мм×0,25мкм)
Сущность метода	Извлечение никотина из подщелоченного раствора экстрагентом и количественное определение методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектором	Экстракция никотина органическим растворителем, содержащим внутренний стандарт (хинальдин) с последующим количественным определением никотина в полученных экстрактах проб
Метод определения	Методом внутреннего стандарта с использованием предварительно построенной градуировочной зависимости	Методом внутреннего стандарта с использованием предварительно построенной градуировочной зависимости
Стандарт	Никотин (степень чистоты не менее 98%), либо Никотин салицилат (степень чистоты не менее 98%).	Никотин, содержание основного вещества более 99%
Внутренний стандарт	Н-гептадекан или хинальдин (степень чистоты не менее 98%),	Хинальдин, содержание основного вещества более 95%
Органический растворитель	Гексан, х.ч.	Трет-бутилметилловый эфир, для ВЭЖХ
Механизм приготовления стандартного раствора	Основной стандартный раствор с концентрацией 2,5 мг/см ³ готовят аналогично пробоподготовке при анализе жидкости, хранят в холодильнике без указания сроков годности	Основной стандартный раствор с концентрацией 10,0 мг/см ³ готовят растворением никотина в экстрагирующем растворителе, хранят в холодильнике не более 2 месяцев
Диапазон измерений	1,25 - 20,0 мг/см ³	1,0 - 75,0мг/г
Метрологические характеристики	Повторяемость r (от 3,2 % при низком содержании до 2,2 % при высоком содержании никотина) Воспроизводимость R = 13,5 % U = 16% при k=2, P=95%	Относительное стандартное отклонение повторяемости σ _r = 4,0 % Относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности σ _(ГТО) = 6,2 % U = 14% при k=2, P=95%

Заключение:

- оба метода позволяют определять массовую долю никотина в анализируемых объектах с приемлемыми метрологическими характеристиками;
- предпочтительнее использование полярной хроматографической колонки;
- так как растворитель не влияет на результат анализа, то предпочтительнее использование гексана, так как третбутилметилловый эфир имеет неприятный запах, менее распространен.

