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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32177— 2013 (ISO 6466:1983)

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ДИТИОКАРБАМАТНЫХ ПЕСТИЦИДОВ

Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод

(ISO 6466:1983, Tobacco and tobacco products — Determination of dithiocarbamate pesticides residues — Molecular absorption spectrometric methods, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ «ВНИИТТИ Россельхозакадемии») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 7 июня 2013 г. № 43)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 августа 2013 г. № 661-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32177—2013 (ISO 6466:1983) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 6466:1983 «Табак и табачные изделия. Определение остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов. Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод» (ISO 6466:1983 «Tobacco and tobacco products — Determination of dithiocarbamate pesticides residues — Molecular absorption spectrometric method», MOD), разработанному Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 126 «Tobacco and tobacco products» Международной организации по стандартизации (ISO) путем внесения изменения содержания некоторых элементов, которые выделяются курсивом. Настоящий стандарт дополнен пунктами 5.6 и 6.4—6.8.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА

6 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения стандарта ГОСТ Р 51357—99 (ИСО 6466—83)[1)]

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 г

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 августа 2013 г. № 661-ст ГОСТ Р 51357—99 отменен с 1 июля 2014 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1983 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2014, 2020

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 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Реактивы . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Отбор проб . . . 3
8 Методика определения . . . 3
9 Обработка результатов . . . 5
10 Отчет о проведении испытаний . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта . . . 6

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

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ДИТИОКАРБАМАТНЫХ ПЕСТИЦИДОВ

Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод

Tobacco and tobacco products. Determination of dithiocarbamate pesticides residues content. Molecular absorption spectrometric method

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает молекулярно-абсорбционный спектрофотометрический метод определения *содержания остаточных* количеств дитиокарбаматных пестицидов в табаке и табачных изделиях, используемых для обработки растений табака *в период вегетации для защиты от болезней*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3935 Сигареты. Общие технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 8864 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 30040 (ИСО 4874—81) Табак. Отбор проб из партий сырья. Основные положения[1)]

ГОСТ 31632 (ISO 8243:2013) Сигареты. Отбор проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55363—2012.

Издание официальное

настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 ***содержание остаточных*** **количеств дитиокарбаматных пестицидов:** Количество сероуглерода, миллиграмм на килограмм пробы, определяемого по специальному методу.

Примечание — Если это необходимо или известно наименование присутствующего в пробе дитиокарбаматного пестицида, то содержание остаточных количеств дополнительно может быть выражено в виде содержания конкретного дитиокарбаматного пестицида с использованием при расчете соответствующих коэффициентов.

4 Сущность метода

Метод основан на кислотном гидролизе дитиокарбаматов путем кипячения их с соляной кислотой в присутствии хлорида олова (II), очистке серной кислотой от сопутствующих соединений выделяющегося сероуглерода, поглощением его метанольным раствором гидрооксида калия с образованием калий-о-метил-дитиокарбамата и спектрофотометрическом определении продукта реакции.

5 Реактивы

Используют реактивы только аналитической чистоты.

5.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709* или вода эквивалентной чистоты.

5.2 Кислота серная *по ГОСТ 4204*, концентрированная (96 % — 98 %).

5.3 Гидроксид калия *по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации с(КОН)* = 1 моль/дм^3 в 95%-ном метиловом спирте по *ГОСТ 6995*. При наличии осадка раствор щелочи фильтруют перед употреблением через гофрированную фильтровальную бумагу по *ГОСТ 12026*.

5.4 Хлорид олова *(II) по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.*

5.5 Кислота соляная х. ч. *по ГОСТ 3118*. Водный раствор: к 75 см^3 соляной кислоты ρ_{20} = 1,18 г/см^3 добавляют 150 см^3 дистиллированной воды.

5.6 Раствор диэтилдитиокарбамата натрия, стандартный раствор массовой концентрации 10 мг сероуглерода на 1000 см^3 *по ГОСТ 8864*.

Взвешивают 29,6 мг диэтилдитиокарбамата натрия *с точностью до 0,1 мг* и растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды. Раствор готовят в день использования.

1 см^3 стандартного раствора диэтилдитиокарбамата натрия эквивалентен 10 мкг сероуглерода.

6 Аппаратура

6.1 Установка для дистилляции (см. рисунок 1), включающая:

6.1.1 Колбу круглодонную трехгорлую со шлифом на 500 см^3 *по ГОСТ 25336*.

6.1.2 Холодильник *по ГОСТ 25336*.

6.1.3 Воронку капельную со шлифом *по ГОСТ 25336* с трубкой, доходящей почти до дна колбы.

6.1.4 Трубку подводящую со шлифом *по ГОСТ 25336*, через которую азот подается в колбу.

6.1.5 Устройства газопоглотительные *по ГОСТ 25336* с распределительными трубками из пористого стекла (размеры отверстий 160—250 мкм) для поглощения продуктов дистилляции.

Примечание — Газопоглотительные устройства, показанные на рисунке 1, могут быть заменены любыми другими поглотительными устройствами, эквивалентными по эффективности.

6.2 *Азот особой чистоты по ГОСТ 9293* в баллоне с трехходовым краном.

6.3 *Колбонагреватель.*

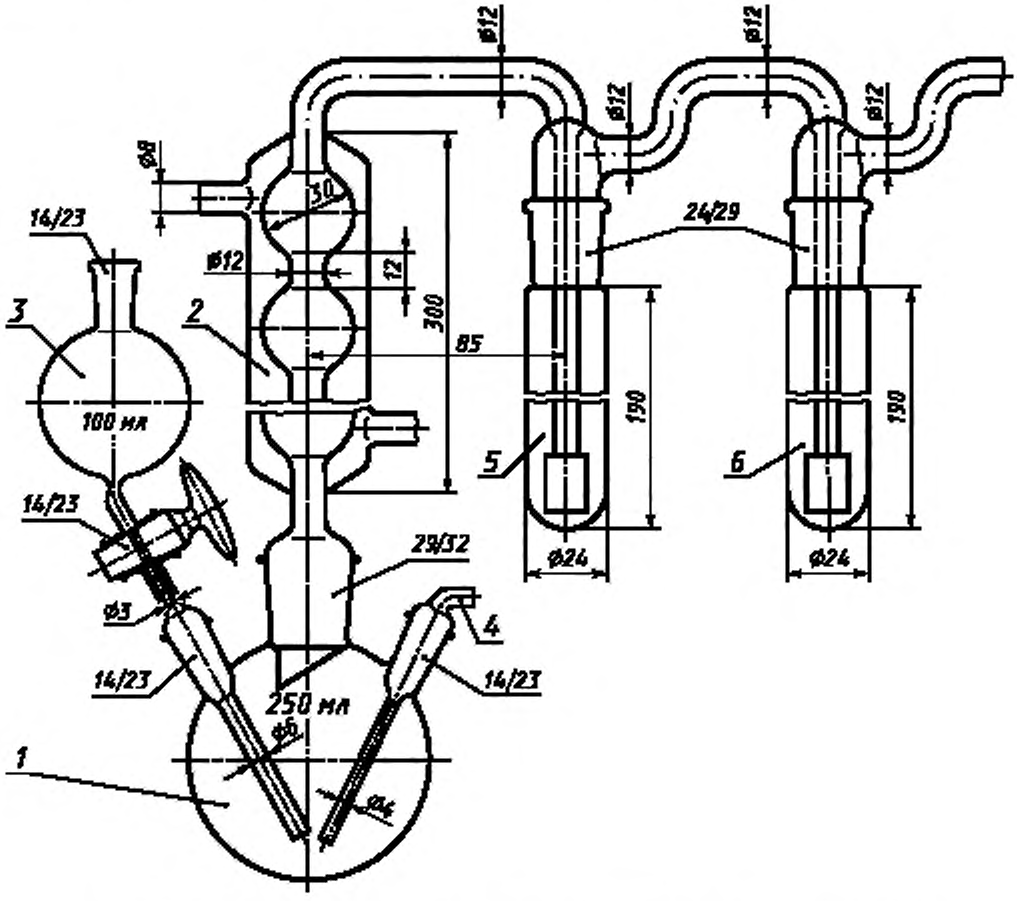
6.4 Колбы мерные вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

6.5 *Цилиндры мерные вместимостью 50 и 100 см^3 по ГОСТ 1770.*

6.6 Пипетки мерные вместимостью 5, 20 и 25 см^3 по ГОСТ 29169.

6.7 Спектрофотометр, позволяющий проводить измерения в ультрафиолетовой области при длинах волн 272, 302 и 332 нм в комплекте с 10-мм кварцевыми кюветами.

6.8 *Весы по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.*



1 — дистилляционная колба; *2* — обратный холодильник; *3* — капельная воронка; *4* — подводящая трубка, *5* и *6* — газопоглотительные устройства

Рисунок 1 — Устройство для определения остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов в табаке

7 Отбор проб

Пробы отбирают в соответствии с *ГОСТ 31632* и *ГОСТ 30040*.

8 Методика определения

8.1 Подготовка проб

Для анализа используют резаный табак или табак из сигаретного штранга без дальнейшего приготовления. При отсутствии такого табака лабораторную пробу режут до необходимого размера.

Примечание — Измельчение и сушка проб приводят к потере остатков дитиокарбаматов.

8.2 *Подготовка* проб для анализа

8.2.1 Две пробы табака массой около 5 г каждая взвешивают с точностью до 0,1 г. Дальнейшее определение проводят по 8.3 и 8.4.

8.2.2 Если результат определения должен быть выражен в миллиграммах на килограмм сухого табака, то для определения влажности дополнительно берут две пробы по 8.2.1. Определение влажности проводят *по ГОСТ 3935.*

8.3 Дистилляция

8.3.1 Пробу табака по 8.2.1 переносят в дистилляционную колбу, добавляют 2 г хлорида олова (II) и 50 $см^3$ дистиллированной воды. Встряхивают колбу до тех пор, пока весь табак не пропитается водой. Соединяют колбу с обратным холодильником. Отводную трубку холодильника соединяют с газопоглотительным устройством, содержащим 20 $см^3$ серной кислоты (5.2) и с газопоглотительным устройством, содержащим 25 $см^3$ гидроксида калия (5.3). Устанавливают капельную воронку и подводящую трубку. Шлифы устройства смазывают фосфорной кислотой. Проверяют герметичность соединений.

Устанавливают скорость подачи азота 50 $см^3$/мин и подводят поток азота к устройству через трехходовой кран и подводящую трубку.

Колбу нагревают до температуры 30 °С — 40 °С и оставляют на 10 мин, чтобы весь табак пропитался двухлористым оловом и чтобы весь кислород был вытеснен из колбы. Холодильник должен хорошо охлаждаться для предотвращения попадания воды в серную кислоту первого поглотительного устройства.

В капельную воронку приливают 100 $см^3$ раствора соляной кислоты (5.5). Поворачивают трехходовой кран так, чтобы поток азота проходил через дистилляционную колбу, и медленно приливают в колбу раствор соляной кислоты. Когда весь раствор соляной кислоты будет добавлен в колбу, необходимо повернуть трехходовой кран так, чтобы поток азота со скоростью 50 $см^3$/мин полностью проходил через подводящую трубку. Содержимое колбы доводят до кипения и кипятят в течение 30 мин.

8.3.2 Через 30 мин нагревание прекращают, отсоединяют газопоглотители, отключают подачу азота и переносят содержимое газопоглотителя в колбу вместимостью 50 $см^3$. Ополаскивают газопоглотитель и распределительную трубку водой, собирая промывные воды в мерную колбу, доводят содержимое колбы водой до метки, перемешивают и оставляют на 15 мин.

8.4 Спектрофотометрирование

Заполняют 10-мм кварцевую кювету раствором, полученным по 8.3.2.

Оптическую плотность раствора по отношению к раствору сравнения измеряют на спектрофотометре (6.7) при длинах волн 272, 302 и 332 нм. Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ приливают 25 $см^3$ раствора гидроксида калия (5.3) и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой.

Оптическая плотность при 302 нм должна быть не более 0,800 и не менее 0,100. Если оптическая плотность больше 0,800, то проводят разбавление раствора или уменьшают анализируемую пробу. Если оптическая плотность меньше 0,100, то можно использовать кварцевую кювету с большей толщиной оптического слоя.

Исправленную оптическую плотность раствора $A_{испр}$ вычисляют по формуле

$$A_{испр} = A_{302} - \frac{A_{272} + A_{332}}{2}, \quad (1)$$

где A_{272}, A_{302}, A_{332} — оптическая плотность анализируемого раствора при длине волны 272, 302 и 332 нм соответственно.

Определение повторяют на второй пробе.

8.5 Построение градуировочной кривой

Для построения градуировочной кривой аликвоты по 4, 6, 8, 10, 12 и 16 $см^3$ стандартного раствора диэтилдитиокарбамата натрия (5.6), что соответствует 40—160 мкг сероуглерода, добавляют в дистилляционную колбу вместо пробы табака и проводят определение по 8.3.

Измеряют оптическую плотность стандартных контрольных растворов, приготовленных по 8.5, и по результатам измерений строят градуировочную кривую исправленных значений оптической плотности

в зависимости от содержания сероуглерода. Градуировочный график хорошо воспроизводим, и нет необходимости готовить все необходимые стандартные контрольные растворы ежедневно. Достаточно ежедневного контроля одной точки.

9 Обработка результатов

9.1 Методика вычисления и формула расчета

9.1.1 Количество сероуглерода в анализируемой пробе находят по градуировочной кривой.

9.1.2 Содержание дисульфида углерода в табаке CS_1, мг/кг, вычисляют по формуле

$$CS_1 = \frac{m}{m_0}, \quad (2)$$

где m — количество дисульфида углерода в пробе, найденное по калибровочному графику, мкг;

m_0 — масса анализируемой пробы, г.

Если результаты должны быть выражены в миллиграммах на килограмм сухого табака, CS_2, то вычисления проводят по формуле

$$CS_2 = \frac{m}{m_0}\frac{100}{100 - W}, \quad (3)$$

где W — содержание воды в пробе, %.

При разбавлении учитывают степень разбавления раствора (8.4). За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, удовлетворяющее требованиям метрологии (9.2).

9.2 Повторяемость

Разница между результатами двух параллельных определений, выполненных в одно и то же время или одно за другим и тем же оператором, не должна превышать ± 7,5 % их среднего значения.

9.3 Коэффициенты пересчета

Если необходимо указать содержание в табаке конкретного дитиокарбаматного пестицида, то содержание сероуглерода умножают на следующие коэффициенты:

- для манеба — 1,74;
- цинеба — 1,81;
- пропинеба — 1,90.

10 Отчет о проведении испытаний

В отчете об испытаниях указывают используемый метод и полученные результаты испытаний. Указывают также все условия испытаний, не предусмотренные настоящим стандартом или принятые как необязательные, а также любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

В отчете приводят все сведения, необходимые для идентификации анализируемой пробы.

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта ГОСТ 32177—2013 (ISO 6466:1983)		Структура международного стандарта ISO 6466:1983	
Раздел	Пункт	Раздел	Подраздел
5	5.1—5.5	5	5.1—5.5
	5.6		—
6	6.1—6.3	6	6.1—6.3
	6.4—6.8		—
Приложение ДА Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта			

Примечания

1 При сравнении структур стандартов различия отмечены в разделах 5 и 6, остальные разделы идентичны.

2 Настоящий стандарт дополнен пунктами 5.6 и 6.4—6.8.

3 В настоящий стандарт внесено дополнительное приложение ДА в соответствии с требованиями, установленными к оформлению межгосударственного стандарта, модифицированного по отношению к международному стандарту ИСО.

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160

Ключевые слова: табак и табачные изделия, содержание, остаточные количества, дитиокарбаматные пестициды, молекулярно-абсорбционный спектрофотометрический метод, определение, гидролиз, дистилляция, градуировочный график, обработка результатов, отчет о проведении испытаний

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 12.05.2020. Подписано в печать 25.06.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru