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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32181— 2013 (ISO 4389:2000)

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ

Газохроматографический метод

(ISO 4389:2000, 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 (ТК 153)

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
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. № 670-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32181—2013 (ИСО 4389:2000) 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 4389:2000 «Табак и табачные изделия. Определение остаточного количества хлорорганических пестицидов. Метод газовой хроматографии» (ISO 4389:2000 «Tobacco and tobacco products — Determination of organochlorine pesticide residues — Gas chromatographic method», MOD), разработанному Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 126 «Tobacco and tobacco products» Международной организацией по стандартизации (ISO) путем изменения содержания отдельных элементов, которые выделяются курсивом, исключена библиография.

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 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, 2000 — Все права сохранятся
© 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 . . . 2
3 Сущность метода . . . 2
4 Реактивы . . . 2
5 Аппаратура . . . 4
6 Отбор проб и подготовка проб для испытаний . . . 5
7 Проведение анализа . . . 5
8 Обработка результатов . . . 7
9 Повторяемость, воспроизводимость и предел обнаружения . . . 7
10 *Отчет о проведении испытаний* . . . 7
Приложение А (справочное) Образцы хроматограмм . . . 8
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 10
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта . . . 12

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 ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ

Газохроматографический метод

Tobacco and tobacco products. Determination of organochlorine pesticide residues. Gas chromatographic method

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения остаточных количеств пестицидов в листовом табаке, переработанном табаке и табачных изделиях. Метод применим для определения содержания хлорорганических пестицидов, перечисленных в таблице 1. В частности, метод рекомендуется для определения веществ с пределами обнаружения, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Перечень пестицидов и пределы их обнаружения

Вещество	Общепринятое название	Предел обнаружения, мкг/г
Альдрин	Альдрин	0,02
транс-хлордан	Хлордан	0,02
п,п′-ДДЭ	—	0,02
о,п′-ДДТ	—	0,04
п,п′-ДДТ	ДДТ	0,06
Дильдрин	Дильдрин	0,02
α-эндосульфан	Эндосульфан	0,03
ГХБ	Гексахлорбензол	0,02
α-ГХЦГ или α-БГХ	ГХЦГ или БГХ	0,02
β-ГХЦГ или β-БГХ	ГХЦГ или БГХ	0,02
γ-ГХЦГ или γ-БГХ	гамма-ГХЦГ (линдан) или гамма-БГХ	0,01
δ-ГХЦГ или δ-БГХ	ГХЦГ или БГХ	0,02
Гептахлор	Гептахлор	0,02
Гептахлор эпоксид	—	0,02
о,п′-ТДЭ или *о,п′*-ДДД	—	0,03
п,п′-ТДЭ или *п,п′*-ДДД	ТДЭ	0,02
о,п′-ДДЭ	—	0,03

Издание официальное

Примечание — Показано, что при применении метода для различных сортов листового табака не возникает ошибок из-за наложения на хроматограмме пиков, относящихся к нехлорорганическим пестицидам. Однако это утверждение не применимо ко всем формам и разновидностям табака и табачных изделий, и при интерпретации любых неожиданных, кажущихся положительными результатов следует проявлять осторожность. В подобных случаях некоторые аналитики рекомендуют масс-спектрометрическое подтверждение химической структуры обнаруженных хроматографически соединений.

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 5789 Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 29169 (ISO 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 30040 (ISO 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 (gost.e-ecolog.ru казателям 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 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 Сущность метода

Остаточные количества пестицидов извлекают из высушенной и размолотой пробы, смешанной с флоризилом®, путем экстракции гексаном в аппарате Сокслета. Остаточные количества пестицидов в экстракте без дальнейшей очистки определяют на газовом хроматографе с электронно-захватным детектором.

4 Реактивы

Все реактивы должны быть пригодны для анализа остатков пестицидов. Все растворители перед использованием проверяют на чистоту путем холостого определения (7.2 и 7.5). Хроматограмма, полученная для растворителей при холостом определении, не должна иметь пиков, превышающих шумы детектора и совпадающих по времени удерживания с определяемыми пестицидами.

4.1 *Дистиллированная вода* по *ГОСТ 6709* или вода эквивалентной чистоты.

Для определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов применяют следующие реактивы:

4.*2 н*-гексан.

4.3 Толуол *по ГОСТ 5789.*

4.4 Стандартные вещества

Стандартные вещества хлорорганических пестицидов, приведенных в таблице 1, гарантированной степени чистоты с содержанием действующего вещества не менее 95 %.

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

Примечание — В качестве стандарта для хлордана (техническая смесь) используется транс-хлордан. Если определяется количество *α-эндосульфана, то транс-хлордан рекомендуется для определения суммы остаточных* количеств *α-эндосульфана, β-эндосульфана и сульфата эндосульфана.*

4.5 Основной раствор внутреннего стандарта

В качестве внутреннего стандарта допускается использовать хлорорганический пестицид, вышедший из употребления, — мирекс.

Примечание — Мирекс — общее название для додекахлоропентацикло [5.2.1.$0^{2,6}$.$0^{3,9}$.$0^{5,8}$] декана.

В качестве внутреннего стандарта допускается использовать и другие вещества, отвечающие требованиям, предъявляемым к внутреннему стандарту.

На лабораторных весах по ГОСТ 24104 взвешивают *0,02 г мирекса с точностью до 0,0001 г* в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в *н*-гексане и доводят объем раствора до метки.

4.6 Раствор внутреннего стандарта

В мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ переносят пипеткой 5 $см^3$ основного раствора внутреннего стандарта *(4.5.1)* и доводят объем раствора до метки *н*-гексаном. Полученный раствор внутреннего стандарта концентрацией примерно 5 мкг/$см^3$ хранят при температуре от 0 °С до 4 °С в темноте. При этих условиях раствор стабилен в течение 6 мес.

4.7 Стандартные растворы пестицидов

Все растворы пестицидов хранят в колбах с притертыми пробками при температуре от 0 °С до 4 °С в темноте. При этих условиях растворы стабильны в течение 6 мес.

4.7.1 *Приготовление* основных стандартных растворов пестицидов

В отдельные мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ взвешивают *по 0,02 г каждого эталонного пестицида (4.4) с точностью до 0,0001 г*, растворяют в *н*-гексане (4.2) и доводят объем раствора до метки. Концентрация индивидуальных стандартных растворов составляет примерно 200 мкг/$см^3$.

Примечание — При приготовлении индивидуального стандартного раствора β-ГХЦГ пестицид растворяют в толуоле (4.3), так как растворимость его в н-гексане ограничена.

4.7.2 *Приготовление* смешанного стандартного раствора А

В мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ переносят пипеткой по 5 $см^3$ индивидуального стандартного раствора каждого пестицида (4.7.1) и доводят объем раствора до метки *н*-гексаном (4.2) [или толуолом (4.3), если учтены условия 4.7.1]. Концентрация полученного раствора составляет примерно 5 мкг/$см^3$ каждого пестицида.

4.7.3 *Приготовление* смешанного стандартного раствора В

В мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ переносят пипеткой 1 $см^3$ смешанного стандартного раствора А (4.7.2) и доводят объем раствора до метки *н*-гексаном (4.2). Концентрация полученного раствора составляет примерно 0,5 мкг/$см^3$ каждого пестицида.

4.7.4 *Приготовление* рабочего стандартного раствора пестицидов для калибровки

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ переносят пипеткой по 1 $см^3$ смешанного стандартного раствора А (4.7.2) и раствора внутреннего стандарта (4.6) и доводят объем раствора до метки *н*-гексаном (4.3). *Массовая* концентрация полученного раствора составляет примерно 0,05 мкг/$см^3$ каждого пестицида и внутреннего стандарта.

4.8 Флоризил®, 60—100 меш.

Примечание — *Флоризил® — адсорбент для хроматографии на основе кремнекислого магния. Диапазон 60—100 меш соответствует диапазону отверстий сита 250—150 мкм.*

4.8.1 *Требования к флоризилу®*

Качество флоризила® — одна из наиболее важных характеристик метода. Активность флоризила® должна быть достаточной для удержания коэкстрактивных веществ, извлекаемых из пробы табака, и должна давать возможность элюироваться остаточным количествам пестицидов. Флоризил® должен быть предварительно подготовлен по 4.8.2. При проведении анализа необходимо использовать только флоризил®, прошедший испытания, уровня активности по 4.8.3.

4.8.2 *Приготовление флоризила®*

Флоризил® помещают в кварцевый тигель и нагревают в муфельной печи в течение 5 ч при температуре 550 °С. Дают флоризилу® остыть в эксикаторе, не содержащем осушителя, и переносят в

круглодонную колбу. Добавляют по 5 см^3 воды на каждые 100 г флоризила® и тщательно перемешивают в течение 1 ч, вращая колбу. Оставляют флоризил® в плотно закрытой колбе не менее чем на 48 ч для равномерного распределения влаги. Активность флоризила® проверяют по 4.8.3.

4.8.3 *Проверка уровня активности флоризила®*

Уровень активности флоризила® проверяют экстракцией дильдрина из раствора в *н*-гексане. Раствор должен иметь концентрацию, эквивалентную концентрации в экстракте из табака, содержащем 1,0 мкг/г дильдрина. Уровень активности флоризила® достаточен, если выход дильдрина составляет более 95 %.

Проверяют уровень активности для каждой вновь приготовленной порции флоризила®.

4.9 Метилфенилсиликон DB-5 — стационарная жидкая фаза, по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

5 Аппаратура

Во избежание загрязнения растворителей очень важно тщательно очищать всю стеклянную посуду перед употреблением и избегать использования пластиковых контейнеров и смазки для кранов.

Обязательно применение мерных колб по ГОСТ 1770 и мерных пипеток по ГОСТ 29169.

5.1 Испаритель ротационный *вакуумный*.

5.2 Мельница *электрическая* для табака. *Частицы размолотого табака должны проходить через сито размером отверстий 2 мм*.

5.3 *Термостат с вентиляцией*.

5.4 Печь муфельная, *обеспечивающая температуру не менее 600 °С*.

5.5 *Колбонагреватель*.

5.6 *Аппарат* Сокслета для непрерывной экстракции *НЭТФ по ГОСТ 25336*.

5.7 Обратный холодильник *по ГОСТ 25336*.

5.8 Эксикатор *Э по ГОСТ 25336*.

5.9 Тигли кварцевые.

5.10 Хроматограф газовый.

5.10.1 Основные требования к хроматографу

На газовом хроматографе работают по инструкции изготовителя. *Испаритель*, термостат и детектор должны быть снабжены отдельными нагревательными элементами. *Условия хроматографирования приведены в 5.10.2—5.10.7. Другие условия хроматографирования должны быть обоснованы.*

5.10.2 Температура

Температура *испарителя* — 180 °С — 210 °С.

Температура детектора — 290 °С — 340 °С.

Если используются другие условия, то они должны обеспечивать разделение всех компонентов, как показано на образце хроматограммы (приложение А; рисунок А.1).

Программирование температуры:

- начальная температура — 40 °С;
- начальное время хроматографирования при 40 °С — 2 мин;
- 1-й этап программирования температуры — 20 °С/мин от 40 °С до 150 °С;
- 2-й этап программирования температуры — 3 °С/мин от 150 °С до 270 °С;
- последующее хроматографирование — 15 мин при 270 °С;
- общее время хроматографирования — 62 мин 30 с.

***5.10.3 Скорости потоков* газов**

Скорости потоков газов должны быть установлены в соответствии с инструкцией изготовителя прибора, условиями анализа и опытом аналитика.

Рекомендуемые скорости потоков газов:

- газ-носитель — гелий — 4 см^3/мин;
- продувочный газ — азот — 30 см^3/мин;
- продувка прокладки — 5 см^3/мин;
- продув делителя потоков — 30 см^3/мин.

5.10.4 Ввод проб

В *испаритель* хроматографа вводят 2 мкдм^3 анализируемого раствора и закрывают клапан делителя потока на 1 мин.

***5.10.5* Устройство для ввода проб**

Используют автоматический дозатор проб или любое другое соответствующее устройство для ввода проб.

При ручном введении проб рекомендуется применять микрошприц вместимостью 1—5 мкдм^3. Перед введением растворов микрошприц промывают не менее 10 раз *н*-гексаном, а затем пять раз анализируемым раствором.

После введения пробы микрошприц промывают *н*-гексаном не менее пяти раз.

5.10.6 Хроматографическая колонка

Рекомендуемая кварцевая капиллярная колонка:

- длина — 30 м;
- внутренний диаметр — 0,32 мм;
- стационарная жидкая фаза — DB-5 (5 % метилфенилсиликона);
- толщина слоя — 0,25 мкм.

Эффективность колонки должна быть достаточной для удовлетворительного разделения всех компонентов. Пример подобного разделения показан на образце хроматограммы (приложение А, рисунок А.1).

Примечание — Может быть использована любая другая жидкая фаза, обеспечивающая разделение анализируемых пестицидов.

***5.10.7* Детектор**

Электронно-захватный детектор с пороговой чувствительностью (сигнал детектора, равный удвоенному значению шумов), 0,0015 мкг *п,п*-ДДТ в 2 мкдм^3 введенного раствора.

5.11 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания 0,001 г.

6 Отбор проб и подготовка проб для испытаний

6.1 Отбор проб

Пробы табака отбирают в соответствии *с ГОСТ 31632 и ГОСТ 30040. Отбор проб следует проводить очень тщательно и гарантировать представительность пробы.*

6.2 Подготовка проб для испытаний

Пробы для испытаний высушивают в термостате (5.3) до содержания влажности примерно 5 % при температуре не выше 50 °С в течение 2 ч.

Высушенные пробы измельчают, избегая при измельчении табака нагрева пробы свыше 50 °С, так чтобы частицы табака полностью проходили через отверстия сита размером 2 мм (5.2). Для анализа может быть использован и измельченный табак, но его влажность не должна превышать 10 %.

До анализа пробы табака хранят в герметичных контейнерах в темноте. В случае хранения проб до анализа более одного месяца необходимо обеспечить их хранение в холодильнике при температуре ниже минус 8 °С.

7 Проведение анализа

7.1 Проба для анализа

5 г пробы для анализа взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в химический стаканчик вместимостью 50 см^3, добавляют 5 г предварительно *активированного* флоризила® и тщательно перемешивают. *Дальнейшее определение проводят по 7.2 и 7.3.*

7.2 Экстракция

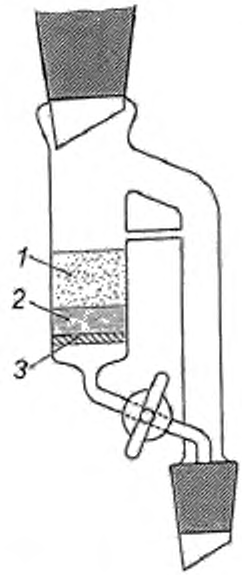
В аппарат Сокслета (рисунок 1) вносят 5 г предварительно *активированного* флоризила® (4.8), а затем подготовленную *пробу* табака (7.1) таким образом, чтобы образовались два отдельных слоя.

Примечание — Для определения степени извлечения пестицидов во время экстракции необходимо осторожно пипеткой внести на верхний слой стандартные растворы соответствующих пестицидов.

В круглодонную колбу вместимостью 150—250 см^3 приливают 60 см^3 *н*-гексана (4.2) и 1 см^3 раствора внутреннего стандарта (4.6).

Собирают аппарат Сокслета, обеспечивая надежную герметичность всех соединений, и включают *колбонагреватель* (5.5).

Степень нагрева колбонагревателя и кран на аппарате Сокслета регулируют таким образом, чтобы скорость дистилляции была не менее 200 $см^3$ в час. Высота слоя *н*-гексана над табаком должна поддерживаться на постоянном уровне путем регулирования крана на аппарате Сокслета. Не допускается полное выпаривание раствора в круглодонной колбе. Продолжительность экстракции составляет 4 ч 30 мин.



1 — табак + флоризил; *2* — флоризил; *3* — пористая фильтрующая пластина № 1 размером пор 100—120 мкм

Рисунок 1 — Часть аппарата Сокслета, используемая для экстракции табака

После окончания экстракции дают экстракту остыть в течение 30 мин и отбирают аликвоту для анализа на хроматографе. *Конечный объем экстракта не фиксируется.*

7.3 *Приготовление градуировочных растворов для проверки диапазона линейности*

В три мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 10, 5 и 1 $см^3$ смешанного раствора А (4.7.2), добавляют по 1 $см^3$ внутреннего стандарта (4.6) и доводят объем растворов до метки *н*-гексаном.

В две мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ и 200 $см^3$ вносят по 1 $см^3$ смешанного раствора В (4.7.3). В колбу вместимостью 100 $см^3$ дополнительно вносят 1 $см^3$ раствора внутреннего стандарта (4.6), а в колбу вместимостью 200 $см^3$ — 2 $см^3$, доводят объем растворов до метки *н*-гексаном. Концентрации полученных растворов пестицидов составляют примерно 0,5, 0,25, 0,05 и 0,0025 мкг/$см^3$.

Эти растворы используют для проверки диапазона линейности электронно-захватного детектора. Диапазон линейности устанавливают перед началом работы на детекторе и после ремонтно-профилактических работ детектора или связанной с ним электронной схемы.

7.4 Градуировка

Если линейность показаний детектора соблюдается, то для градуировки может быть использован один стандартный раствор (4.7.4).

7.5 Газовая хроматография

После выхода хроматографа на режим проверяют чувствительность детектора путем трехкратного введения стандартного калибровочного раствора (4.7.4). Сходимость результатов не должна отличаться от среднего значения более чем на ± 5 %.

В *испаритель* хроматографа вводят по 2 мкдм^3 анализируемого образца в двухкратной повторности, затем стандартного раствора и рассчитывают средние значения.

Образцы хроматограмм стандартного калибровочного раствора и экстракта табака приведены в приложении А (рисунки А.1 и А.2).

8 Обработка результатов

Содержание пестицидов в пробе определяют методом внутреннего стандарта.

Поправочный коэффициент $E_п$ рассчитывают для каждого пестицида по формуле

$$E_п = \frac{c_{пест}}{A_{пест}} \frac{A_{вн.ст}}{c_{вн.ст}}, \quad (1)$$

где $c_{пест}$ — концентрация пестицида в стандартном калибровочном растворе, мкг/см^3;

$A_{пест}$ — площадь или высота пика пестицида в стандартном растворе (4.7.4);

$A_{вн.ст}$ — площадь или высота пика внутреннего стандарта (мирекса) в стандартном калибровочном растворе;

$c_{вн.ст}$ — концентрация внутреннего стандарта в стандартном калибровочном растворе, мкг/см^3.

Содержание остаточных количеств каждого пестицида $X_п$, мкг/г, сухого табака, вычисляют по формуле

$$X_п = \frac{A_п \cdot E_п \cdot Q_{вн.ст} \cdot 100}{A_в \cdot m \cdot (100 - W)}, \quad (2)$$

где $A_п$ — площадь или высота пика соответствующего пестицида в экстракте пробы (7.2);

$A_в$ — площадь или высота пика внутреннего стандарта в экстракте пробы;

$Q_{вн.ст}$ — количество внутреннего стандарта, добавленного в экстрагирующий раствор, мкг (примерно 5 мкг);

m — масса *пробы* табака (7.1), г;

W — влажность высушенного табака (6.2), %.

9 Повторяемость, воспроизводимость и предел обнаружения

Подробности совместного исследования точности метода приведены в приложении В.

10 *Отчет о проведении испытаний*

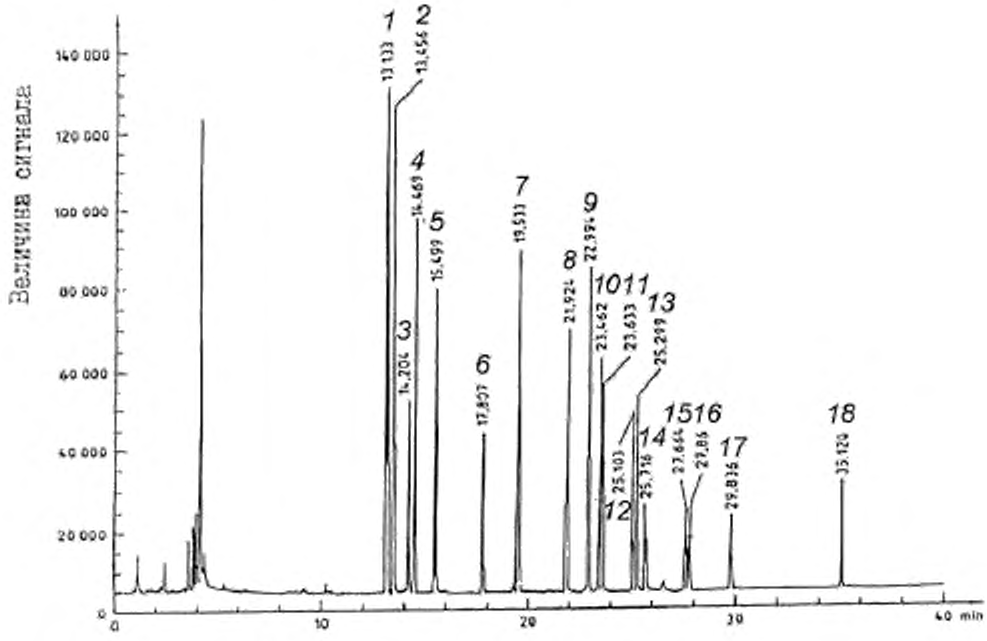
В отчете об испытаниях должен быть приведен использованный метод анализа и приведены результаты в миллиграммах на грамм сухого табака всех идентифицированных остатков пестицидов. Должны быть указаны все условия анализа, отличные от приведенных в настоящем стандарте или принятые как оптимальные, которые могут повлиять на результаты.

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

Приложение А
(справочное)

Образцы хроматограмм

А.1 Образцы хроматограмм приведены на рисунках А.1 и А.2.



1 — ГХЦГ; *2* — ГХЦГ; *3* — ГХЦГ; *4* — ГХЦГ; *5* — ГХЦГ; *6* — гептахлор; *7* — альдрин; *8* — гептахлор эпоксид; *9* — *транс*-хлордан, *10* — *о,п'*-ДДЕ; *11* — α-эндосульфан; *12* — дильдрин; *13* — *п,п'*-ДДЕ, *14* — *о,п'*-ДДД; *15* — эндрин; *16* — β-эндосульфан; *17* — *о,п'*-ДДТ; *18* — *п,п'*-ДДТ

Рисунок А.1 — Хроматограмма стандартного градуировочного раствора, содержащего по 0,005 мкг/см^3 каждого пестицида

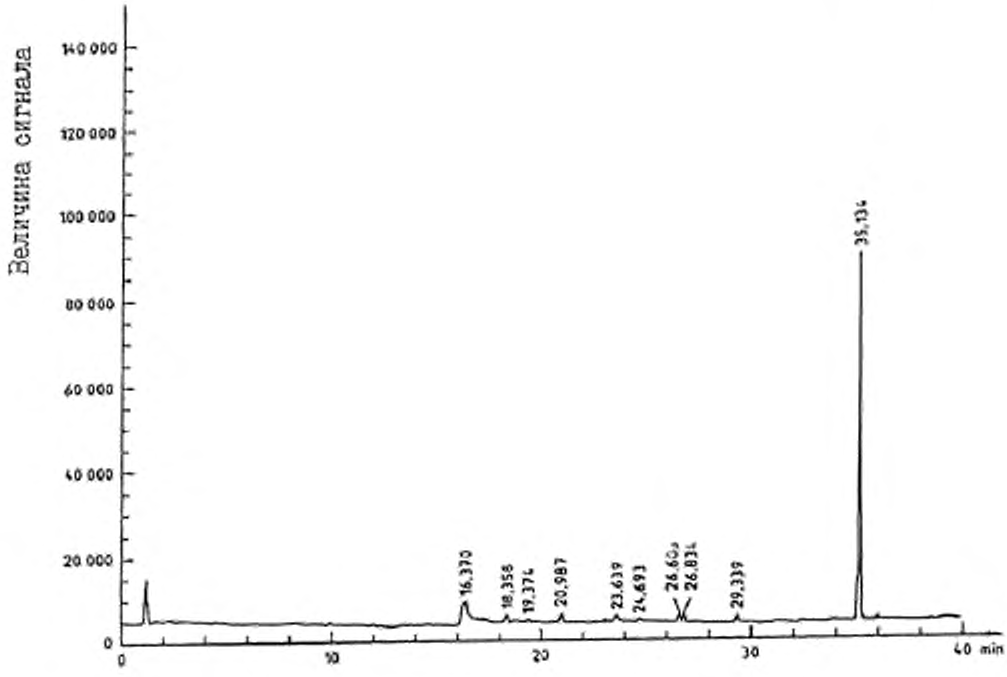


Рисунок А.2 — Хроматограмма экстракта холостой пробы образца табака

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

В таблице В.1 приведены данные по оценке средней степени обнаружения, стандартного отклонения повторяемости (S_r) и стандартного отклонения воспроизводимости (S_R), которые были получены в совместном исследовании 12 лабораториями с использованием образцов с четырьмя искусственными уровнями содержания пестицидов (F_1, F_2, F_3, F_4).

Таблица В.1 — Степень обнаружения и стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости

Наименование пестицида	Уровень содержания пестицидов F_1				Уровень содержания пестицидов F_2				Предел обнаружения, мкг/г
	Содержание, мкг/г	Обнаружение, %	S_r %	S_R %	Содержание, мкг/г	Обнаружение, %	S_r %	S_R %	
α-ГХЦГ	0,0995	79	12	27	0,4975	102	14	18	0,02
β-ГХЦГ	0,1000	89	17	25	0,5000	99	10	15	0,02
γ-ГХЦГ (линдан)	0,1005	100	26	34	0,5025	101	15	16	0,01
δ-ГХЦГ	0,1020	62	13	27	0,5100	88	7	18	0,02
ГХБ	0,1000	109	9	19	0,5000	105	16	18	0,02
Гептахлор	0,1020	100	13	19	0,5100	105	13	15	0,02
Альдрин	0,1000	83	13	24	0,5000	100	14	14	0,02
Гептахлор эпоксид	0,1025	84	15	29	0,5125	89	16	19	0,02
транс-хлордан	0,0995	86	8	23	0,4975	96	6	14	0,02
о,п'-ДДЕ	0,1010	105	12	25	0,5050	106	9	11	0,03
α-эндосульфан	0,1010	73	14	36	0,5050	81	9	15	0,03
Дильдрин	0,1015	84	15	34	0,5075	87	23	27	0,02
п,п'-ДДЕ	0,1000	104	10	21	0,5000	115	6	17	0,02
Эндрин	0,0995	53	12	35	0,4975	59	30	31	0,03
β-эндосульфан	0,1000	12	17	24	0,5000	12	19	21	0,02
о,п'-ДДД	0,1005	111	9	20	0,5025	109	6	10	0,03
п,п'-ДДД	0,1010	117	14	29	0,5050	113	8	20	0,02
о,п'-ДДТ	0,1015	106	11	27	0,5075	109	10	18	0,04
п,п'-ДДТ	0,1005	104	13	24	0,5025	111	8	21	0,06
α-ГХЦГ	0,9950	105	8	13	4,9750	95	11	18	0,02
β-ГХЦГ	1,0000	100	6	11	5,0000	86	5	14	0,02
γ-ГХЦГ (линдан)	1,0050	109	9	19	5,0250	100	7	29	0,01
δ-ГХЦГ	1,0200	96	9	15	5,1000	90	12	22	0,02
ГХБ	1,0000	105	8	13	5,0000	88	8	16	0,02
Гептахлор	1,0200	107	12	16	5,1000	101	13	25	0,02
Альдрин	1,0000	107	8	14	5,0000	103	7	25	0,02
Гептахлор эпоксид	1,0250	97	16	18	5,1250	91	11	24	0,02
транс-хлордан	0,9950	102	4	10	4,9750	99	6	18	0,02
о,п'-ДДЕ	1,0100	110	4	7	5,0500	101	8	19	0,03

Окончание таблицы В.1

Наименование пестицида	Уровень содержания пестицидов F_1				Уровень содержания пестицидов F_2				Предел обнаружения, мкг/г
	Содержание, мкг/г	Обнаружение, %	S_r, %	S_R, %	Содержание, мкг/г	Обнаружение, %	S_r, %	S_R, %	
α-эндосульфан	1,0100	83	10	18	5,0500	77	10	23	0,03
Дильдрин	1,0150	93	13	22	5,0750	95	14	31	0,02
п,п′-ДДЕ	1,0000	120	4	15	5,0000	112	6	21	0,02
Эндрин	1,0995	58	19	41	4,9750	78	26	43	0,03
β-эндосульфан	0,9950	14	15	21	5,0000	12	9	22	0,02
о,п′-ДДД	1,0000	114	5	10	5,0250	100	9	12	0,03
п,п′-ДДД	1,0050	116	6	19	5,0500	119	13	25	0,02
о,п′-ДДТ	1,0100	109	7	14	5,0750	102	8	10	0,04
п,п′-ДДТ	1,0050	117	5	22	5,0250	116	11	21	0,06

В каждой лаборатории анализировали по два образца каждого уровня в двухкратной повторности, и таким образом было представлено по 48 определений для каждого пестицида на каждом уровне.

В совместном эксперименте исследовалась также возможность анализа остаточных количеств эндрина и β-эндосульфана помимо 17 пестицидов, приведенных в таблице В.2. Результаты исследований показали, что эти два пестицида нельзя анализировать данным методом.

Таблица В.2 — Химическая номенклатура в соответствии с рекомендациями Международного союза теоретической и прикладной химии (ИЮПАК)

Наименование пестицида	Химическое наименование в соответствии с ЮПАК
ГХЦГ	1,3,5/2,4,6-гексахлорциклогексан
ГХЦГ	1,2,4/3,6-гексахлорциклогексан
ГХЦГ (линдан)	1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексан
ГХЦГ	1,2,3/4,5,6-гексахлорциклогексан
ГХБ	Гексахлорбензол
Гептахлор	1,4,5,6,7,8,8-гептахлор-3а,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метаноинден
Альдрин	(1R,4S,4aS,5S,8R,8aR)-1,2,3,4,10,10-гексахлор-1,4,4а,5,8,8а-гексагидро-1,4-эндо-экзо-5,8-диметаннафталин
Гептахлорэпоксид	1,4,5,6,7,8,8-гептахлор-2,3-эпокси-3а,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метаноинден
транс-хлордан	-октахлор-2,3,3а,4,7,7а-гексагидро-4,7-метаноинден
о,п′-ДДЭ	1,1-дихлор-2-(2-хлорфенил)-2-(4-хлорфенил)этилен
α-эндосульфан	(1,4,5,6,7,7-гексахлор-8,9,10-триноборн-5-ен-2,3- иленбисметилен)сульфит-I
Дильдрин	(1R,4S,4aS,5R,6R,7S,8S,8aR)-1,2,3,4,10,10-гексахлор-1,4,4а,5,6,7,8,8а-октагидро-6,7-эпокси-1,4:5,8-диметаннафталин
п,п′-ДДЭ	1,1-дихлор-2,2-бис(4-хлорфенил)этилен
о,п′-ДДД	1,1-дихлор-2-(2-хлорфенил)-2-(4-хлорфенил)этан
п,п′-ДДД	1,1-дихлор-2,2-бис(4-хлорфенил)этан
о,п′-ДДТ	1,1,1-трихлор-2-(2-хлорфенил)-2-(4-хлорфенил)этан
п,п′-ДДТ	1,1,1-трихлор-2,2-бис(4-хлорфенил)этан

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта ГОСТ 32181—2013 (ISO 4389:2000)			Структура международного стандарта ISO 4389:2000		
Раздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт
4	4.9		4		
5	5.10	5.10.1—5.10.3	5	5.10	5.10.1—5.10.3
		5.10.4—5.10.7			—
	5.11	—		5.11	—
—			Библиография		
Приложение ДА Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта					

Примечания

1 При сравнении структур стандартов различия отмечены в разделах 4 и 5, остальные разделы идентичны.

2 В настоящий стандарт включены пункт 4.9, подпункты 5.10.4—5.10.7.

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

4 Из настоящего стандарта исключен структурный элемент «Библиография».

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160

Ключевые слова: табак и табачные изделия, хлорорганические пестициды, газожидкостная хроматография, проведение анализа, обработка результатов, повторяемость, воспроизводимость, предел обнаружения, 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. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru