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, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

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 Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий» Российской академии сельскохозяйственных (ГНУ «ВНИИТТИ» Россельхозакадемии)

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

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 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 6466:1983 Tobacco and tobacco products — Determination of dithiocarbamate pesticides residues — Molecular absorption spectrometric method (Табак и табачные изделия. Определение остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов. Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод), 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 (подразделы 3.5, 3.6).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальных (государственных) органах по стандартизации указанных выше государств.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — модифицированная (MOD).

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

5 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.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты» (по состоянию на 1 января текущего года), 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

© Стандартинформ, 2014

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) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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[1] **— 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 стандарты:

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3935—2000 Сигареты. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 30040—93 (ИСО 4874—81) Табак. Отбор проб из партий сырья. Основные положения

Примечание — 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 выпус-

[1] Дату введения стандарта в действие на территории государств устанавливают их национальные органы по стандартизации.

кам 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 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.

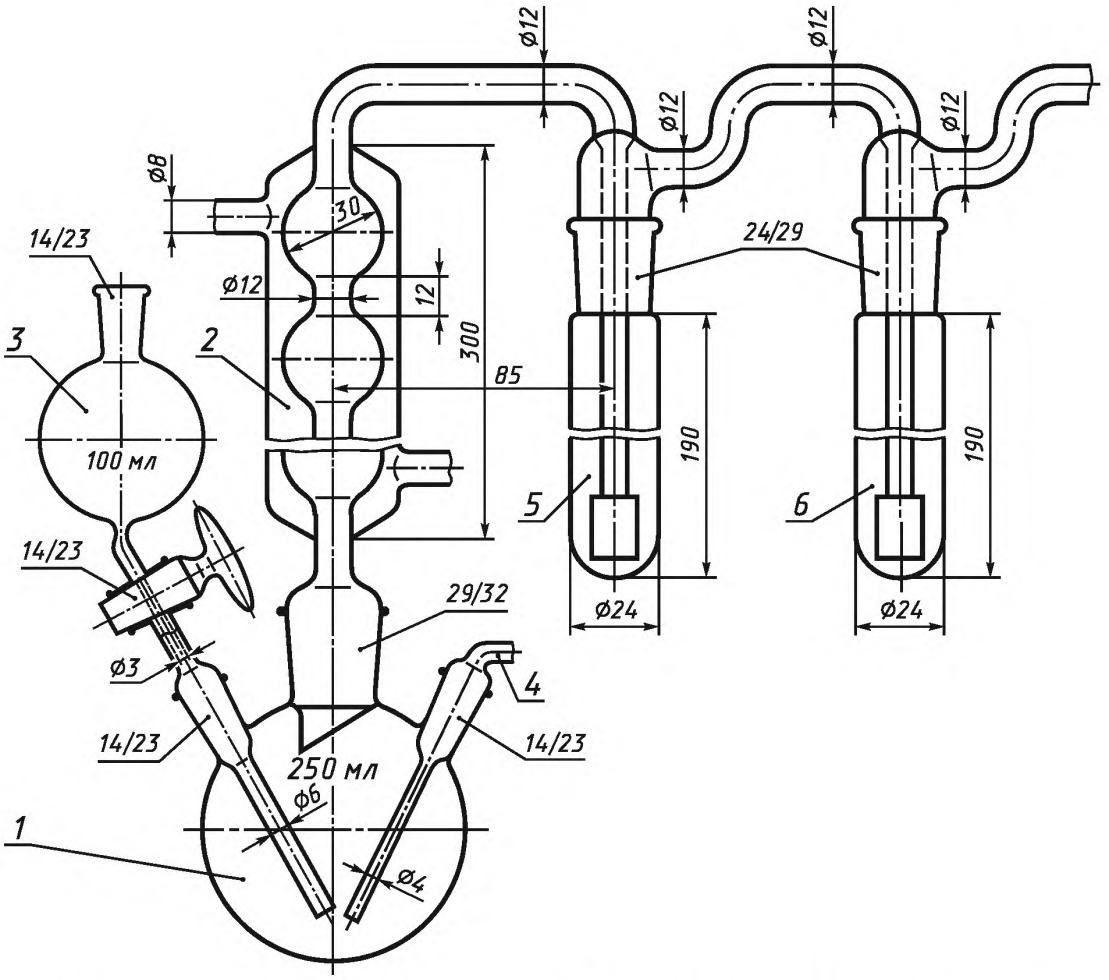
6.2 *Азот особой чистоты по ГОСТ 9293* в баллоне с трехходовым краном.

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.



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

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.*

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 приводит 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)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта ISO 6466:1983		Структура межгосударственного стандарта ГОСТ 32177—2013 (ISO 6466:1983)	
Раздел	Подраздел	Раздел	Пункт
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 (справочное). Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта	

Примечания

1 При сравнении структур стандартов отличия 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 Н89 MOD

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 *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 31.03.2014. Подписано в печать 08.04.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 84 экз. Зак. 676.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru