ГОСТ Р 51357—99
(ИСО 6466—83)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ДИТИОКАРБАМАТНЫХ ПЕСТИЦИДОВ. МОЛЕКУЛЯРНО-АБСОРБЦИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом табака, махорки и табачных изделий (ВНИИТТИ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 153 «Табак и табачные изделия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 24 октября 1999 г. № 425-ст

3 Настоящий стандарт, кроме разделов 2, 5, 6, представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6466—83 «Табак и табачные изделия. Определение содержания остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов. Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ДИТИОКАРБАМАТНЫХ ПЕСТИЦИДОВ. МОЛЕКУЛЯРНО-АБСОРБЦИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

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

Дата введения 2000—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает молекулярно-абсорбционный спектрофотометрический метод определения остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов в табаке и табачных изделиях.

Метод применяется для определения в табаке и табачных изделиях остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов, используемых для обработки растений табака в период вегетации для защиты от болезней.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3935—81 Сигареты. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

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

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

Издание официальное

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

содержание остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов: Количество сероуглерода, миллиграмм на килограмм образца, определяемого по данному методу.

Примечание — Если это необходимо или известно наименование присутствующего в образце 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 гидроокиси 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 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, 1М раствор 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 Олово двухлористое по НД [1].

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 концентрации 10 мг сероуглерода на 1000 см^3 по ГОСТ 8864.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 29,6 мг диэтилдитиокарбамата натрия 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 Капельную воронку со шлифом по ГОСТ 25336 с трубкой, доходящей почти до дна колбы.

6.1.4 Подводящую трубку 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.

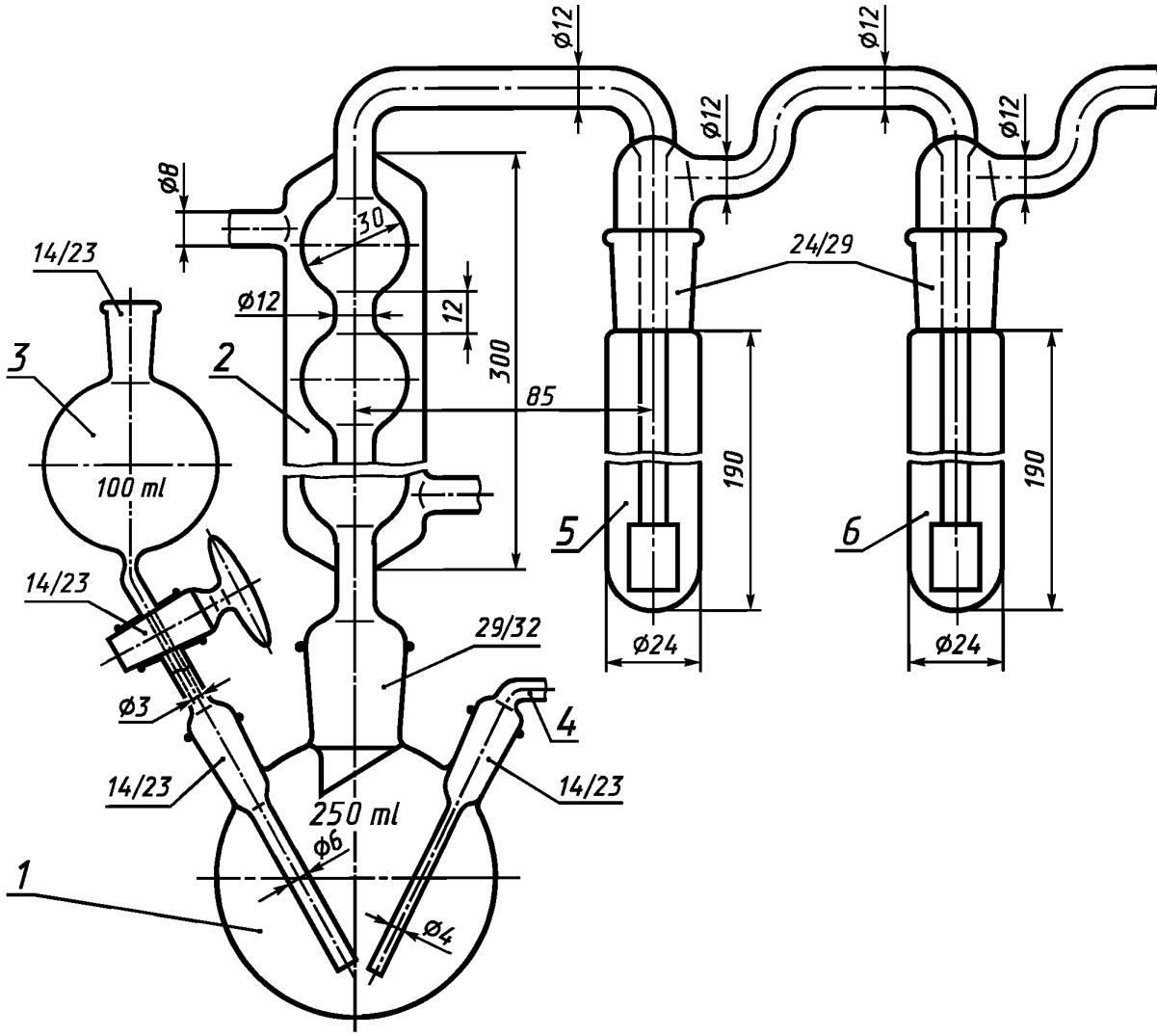
6.4 Колбы мерные вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

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 лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания 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

Образцы отбирают в соответствии с ГОСТ 30040.

8 Методика определения

8.1 Подготовка образцов для испытаний

Для анализа используют резаный табак или табак из сигаретного штранга без дальнейшего приготовления. При отсутствии образцов в такой форме лабораторный образец режут до нужного размера.

Примечание — Измельчение и сушка образцов приводит к потере остатков дитиокарбаматов.

8.2 Подготовка проб для анализа

8.2.1 Две навески табака массой около 5 г каждая взвешивают с точностью до 0,1 г. Дальнейшее определение проводят для каждой навески 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 навески по 8.2.1. Определение влажности проводят по ГОСТ 3935.

8.3 Дистилляция

8.3.1 Навеску образца табака по 8.2.1 переносят в дистилляционную колбу, добавляют 2 г двухлористого олова 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 $см^3$ гидроокиси 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 30—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 гидроокиси 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 навеску. 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

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

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

Определение повторяют на второй навеске образца.

8.5 Построение калибровочной кривой

Для построения калибровочной 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 образца табака и проводят определение по 8.3.

Измеряют оптическую плотность стандартных контрольных растворов, приготовленных по 8.5, и по результатам измерений строят калибровочную кривую исправленных величин оптической плотности в зависимости от содержания сероуглерода. Калибровочный 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 анализируемом образце находят по калибровочной кривой.

9.1.2 Содержание дисульфида углерода в табаке CS_2, мг/кг, вычисляют по формуле

$$CS_2 = \frac{m}{m_0}, \qquad (2)$$

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

m_0 — масса образца, взятая для анализа, г.

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

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

где W — содержание воды в образце, %.

При разбавлении учитывают степень разбавления раствора (8.4).

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, удовлетворяющее требованиям метрологии (9.2).

9.2 Сходимость

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 средней величины.

9.3 Коэффициенты пересчета

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

а) для манеба — 1,74;

б) для цинеба — 1,81;

в) для 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 данным стандартом или принятые как необязательные, а также любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

В отчете приводят все сведения, необходимые для идентификации образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-5393—88 Олово (II) хлорид 2-водный (олово двухлористое)

ОКС 65.160 Н89 ОКСТУ 9193

Ключевые слова: табак, табачные изделия, пестициды, молекулярно-абсорбционный метод, гидролиз, дистилляция, калибровочный график

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ ИСО 6565—97	Табак и табачные изделия. Сопротивление затяжке сигарет и фильтров. Термины, стандартные условия и основные определения	3
ГОСТ ИСО 9512—96	Сигареты. Определение степени вентиляции	9
ГОСТ 30039—98 (ИСО 8243—91)	Сигареты. Отбор проб	17
ГОСТ 30422—96 (ИСО 3612—75)	Табак и табачные изделия. Сигареты. Определение скорости свободного горения	29
ГОСТ 30423—96 (ИСО 3550—85)	Сигареты. Определение степени осыпаемости	39
ГОСТ 30569—98 (ИСО 3401—91)	Сигареты. Определение удерживания алколоидов фильтрами. Спектрометрический метод	45
ГОСТ 30570—98 (ИСО 10315—91)	Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии	57
ГОСТ 30571—98 (ИСО 4387—91)	Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины	63
ГОСТ 30622.1—98 (ИСО 10362.1—97)	Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии	79
ГОСТ 30622.2—98 (ИСО 10362.2—95)	Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод Карла Фишера	85
ГОСТ Р 50021—92 (ИСО 3402—91)	Табак и табачные изделия. Атмосфера для кондиционирования и испытания	93
ГОСТ Р 51087—97	Табачные изделия. Информация для потребителя	97
ГОСТ Р 51296—99 (ИСО 13276—97)	Табак и табачные изделия. Определение чистоты никотина. Гальванический метод с использованием кремневольфрамовой кислоты	103
ГОСТ Р 51357—99 (ИСО 6466—83)	Табак и табачные изделия. Определение содержания остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов. Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод	111

ТАБАЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Методы испытаний
Упаковка. Маркировка

БЗ 7—99

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.07.2000. Подписано в печать 05.09.2000. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$.
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 13,95. Уч.-изд. л. 9,70. Тираж 500 экз. Зак. 1925.
Изд. № 2565/2. С 5789.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, 248021, Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru