

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

БЗ 2—99/1069

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**Предисловие**

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

**ВНЕСЕН** Техническим комитетом 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**

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

**к ГОСТ Р 51357—99 Табак и табачные изделия. Определение содержания остаточных количеств дитиокарбаматных пестицидов. Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
С. 1. Наименование стандарта	Молекулярно-абсорбционный спектрофотометрический метод	Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод

(ИУС № 6 2000 г.)

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

---

**Табак и табачные изделия**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ  
ДИТИОКАРБАМАТНЫХ ПЕСТИЦИДОВ.  
МОЛЕКУЛЯРНО-АБСОРБЦИОННЫЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ 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. 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

### 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-*o*-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 двуххлористое по НД [1].

5.5 Кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118. Водный раствор: к 75 см<sup>3</sup> соляной кислоты  $\rho_{20} = 1,18$  г/см<sup>3</sup> добавляют 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

5.6 Раствор диэтилдитиокарбамата натрия, стандартный раствор концентрации 10 мг сероуглерода на 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 8864.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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.

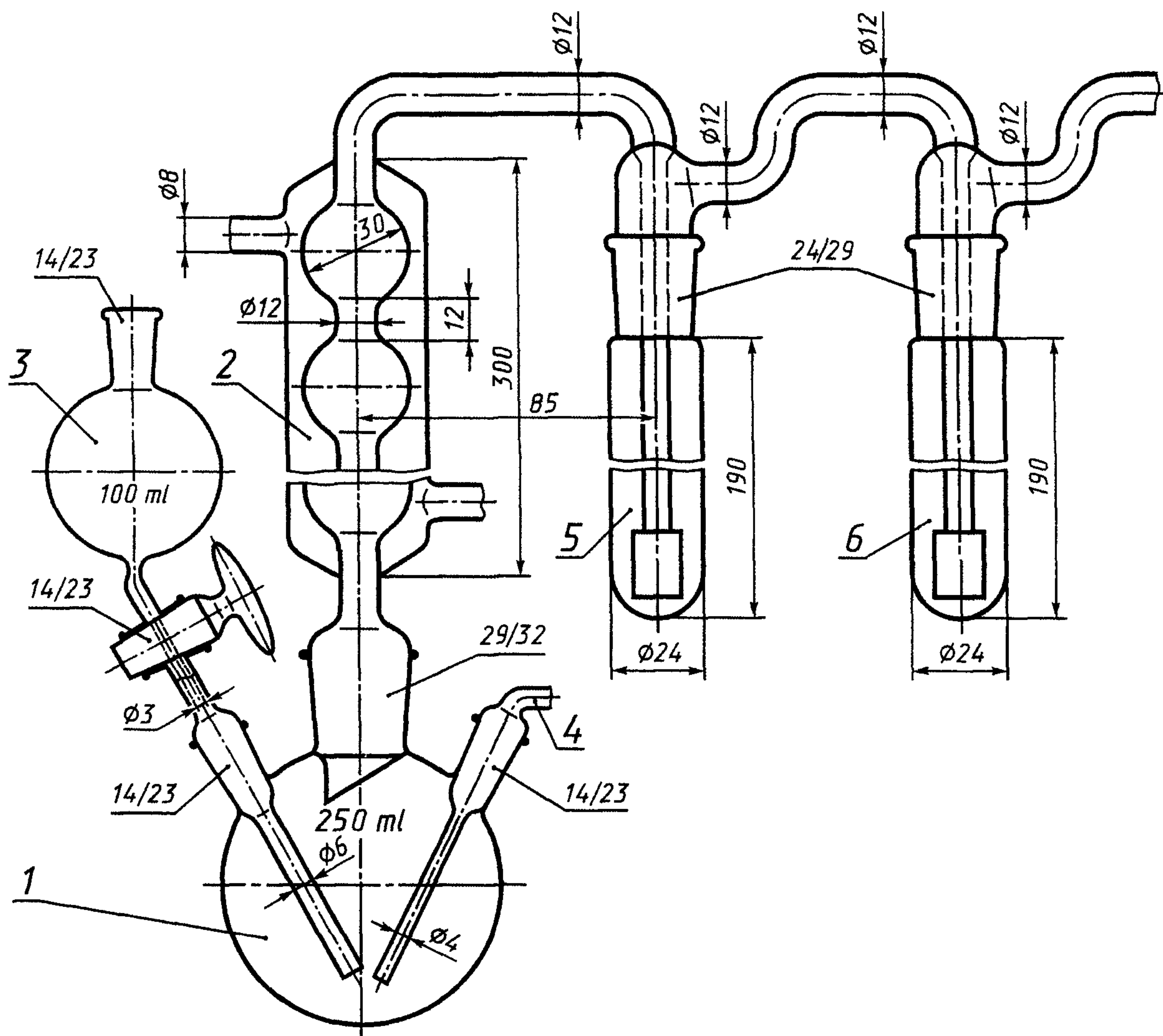
6.4 Колбы мерные вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

6.5 Цилиндры мерные вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

6.6 Пипетки мерные вместимостью 5, 20 и 25 см<sup>3</sup> 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 двуххлористого олова и 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> серной кислоты (5.2) и с газопоглотительным устройством, содержащим 25 см<sup>3</sup> гидроокиси калия (5.3). Устанавливают капельную воронку и подводную трубку. Шлифы устройства смазывают фосфорной кислотой. Проверяют герметичность соединений.

Устанавливают скорость подачи азота 50 см<sup>3</sup>/мин и подводят поток азота к устройству через трехходовой кран и подводную трубку.

Колбу нагревают до 30—40 °С и оставляют на 10 мин, чтобы весь табак пропитался двуххлористым 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>/мин полностью проходил через подводную 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<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> приливают 25 см<sup>3</sup> 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  $A_{\text{испр}}$  вычисляют по формуле

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

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

Определение повторяют на второй навеске образца.

## 8.5 Построение калибровочной кривой

Для построения калибровочной кривой аликвоты по 4, 6, 8, 10, 12 и 16 см<sup>3</sup> 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

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

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

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

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  $\pm 7,5$  % 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**

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

---

УДК 663.974.001.4:006.354

ОКС 65.160

Н89

ОКСТУ 9193

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

---

Редактор *Т.П. Шашина*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.12.99. Подписано в печать 29.12.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,67.  
Тираж 355 экз. С4141. Зак. 1073.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102