

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(EACC)

EURO-ASIAN CONCIL FOR STANDARTIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
32176–  
2013  
(ISO 4876:1980)

Табак и табачные изделия

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ  
КОЛИЧЕСТВ ГИДРАЗИДА МАЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

(ISO 4876:1980, MOD)

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 7753

« 14 » июня 2013 г.



Минск  
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

## Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и 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 наук (ГНУ «ВНИИТТИ» Россельхозакадемии).

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол №56-П от 19 мая 2013 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 4876:1980 «Tobacco and tobacco products – Determination of maleic hydrazide residues» (Табак и табачные изделия. Определение остаточных количеств гидразида малеиновой кислоты), 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.

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.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51356-99

## 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

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  
гидразида малеиновой кислоты

Tobacco and tobacco products.  
Determination of maleic hydrazide residues content

Дата введения –

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на табак и табачные изделия и устанавливает спектрофотометрический метод определения содержания остаточных количеств гидразида малеиновой кислоты.

Гидразид малеиновой кислоты применяется для борьбы с болезнями и пасынками на растениях табака.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227-91 Посуда стеклянная лабораторная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

П р и м е ч а н и е – При использовании 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 выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при использовании 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 Сущность метода

Метод основан на спектрофотометрическом определении желтого комплекса сернокислого гидразина с 4-диметиламинобензальдегидом после удаления летучих оснований кипячением пробы с

# ГОСТ 32176-2013

гидроксидом натрия, добавления цинка, восстановления образовавшимся водородом малеинового гидразида до янтарного гидразида, его гидролиза и отгонки освобожденного гидразина.

При необходимости в процедуру анализа могут быть включены этапы предварительной обработки пробы для анализа соляной кислотой и очистки дистиллята активированным углем.

## 4 Реактивы

Используют реактивы только аналитической чистоты.

4.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

4.2 Пара-диметиламинобензальдегид (*п*-ДМАБА), массовая доля основного вещества – 20 г/дм<sup>3</sup> в растворе молярной концентрации с  $(\text{H}_2\text{SO}_4)=0,5$  моль/дм<sup>3</sup>

### 4.2.1 Очистка *п*-ДМАБА

Растворяют 20 г *п*-ДМАБА в 150 см<sup>3</sup> абсолютного этанола, добавляют 5 г порошкообразного активированного угля, перемешивают в течение 5 мин и фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера. К фильтрату постепенно, при перемешивании, добавляют 200 см<sup>3</sup> холодной (минус 0°C) дистиллированной воды, отфильтровывают под вакуумом через воронку Бюхнера выпавшие белые или бледно-желтые кристаллы, промывают их 50 см<sup>3</sup> холодной воды, высушивают в вакуум-эксикаторе над оксидом фосфора (V) и хранят в склянке из темного стекла в защищенном от света месте.

### 4.2.2 Приготовление раствора *п*-ДМАБА

Растворяют 2 г очищенных кристаллов в 100 см<sup>3</sup> раствора молярной концентрации с  $(\text{H}_2\text{SO}_4)=0,5$  моль/дм<sup>3</sup> (4.7) и при необходимости фильтруют через воронку с пористым стеклянным фильтром.

Раствор устойчив в течение месяца при хранении в темноте в холодильнике. При несоблюдении этих условий его необходимо готовить ежедневно.

4.3 Гидразид малеиновой кислоты по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, стандартный раствор массовой концентрации 10 мг/см<sup>3</sup>.

4.4 Металлический гранулированный цинк с размером частиц 500 мкм и объемной массой 1,70 г/см<sup>3</sup>

Установлено, что чистота используемого цинка оказывает существенное

влияние на результаты анализа. Рекомендуется проверять используемый цинк путем сравнения цвета растворов, получаемых при реакции стандартных растворов сернокислого гидразина с *п*-ДМАБА с цветом растворов после восстановления и дистилляции гидразида малеиновой кислоты.

4.5 Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации с  $(\text{NaOH})=12,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

4.6 Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации с  $(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

4.7 Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации с  $(\text{H}_2\text{SO}_4)=0,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

4.8 Тетрагидрат хлорида железа (II) ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Периодически проверяют чистоту реагента, чтобы быть уверенным, что не произойдет окрашивание с раствором *п*-ДМАБА.

4.9 Антиленная присадка (парафин или очищенное растительное масло).

4.10 Гранулы, обеспечивающие равномерность кипения.

4.11 Масло минеральное с высокой точкой кипения для резервуара термометра.

4.12 Контрольная проба табака, аналогичная пробе для анализа и не обработанная гидразидом малеиновой кислоты (см. примечание к 7.4).

## 5 Аппаратура

5.1 Колбы мерные вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

5.2 Цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

5.3 Стакан химический вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

5.4 Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147 с пористым стеклянным фильтром класса ПОР 100 по ГОСТ 25336.

5.5 Установка для перегонки с водяным паром (рисунок 1), включающая:

а) парообразователь;

б) колбу плоскодонную со шлифом вместимостью 500 см<sup>3</sup>, по ГОСТ 25336;

с) холодильник по ГОСТ 25336;

д) электроплитку с регулированием температуры нагрева;

е) переходы с двумя параллельными горловинами типа П2П по ГОСТ 25336.