



# СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ БЕЗОПАСНОСТИ ТОВАРОВ НАРОДНОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ СООТВЕТСТВИЯ ТРЕБОВАНИЯМ ТЕХНИЧЕСКИХ РЕГЛАМЕНТОВ ЕВРАЗИЙСКОГО ЭКОНОМИЧЕСКОГО СОЮЗА

Крымская Т.П., Шарамков В.А., Капелько И.М., Чеботкова Д.В., Лебединская К.С.



## **МВИ.МН 6309-2020** Массовая концентрация хлорбензола, выделяемого из изделий из поликарбоната, в водных и воздушных вытяжках. Методика выполнения измерений методом газовой хроматографии

Метод основан на извлечении хлорбензола:

✓ **из водной вытяжки** газовой экстракцией при нагревании пробы в замкнутом объеме, газохроматографическим анализом равновесной паровой фазы с использованием двух параллельных кварцевых капиллярных колонок и двух пламенно-ионизационных детекторов, количественном определении методом абсолютной градуировки.

✓ **из воздушной вытяжки** твердым сорбентом, его термической десорбции и определении на капиллярных колонках с различной полярностью неподвижной фазы, детектировании на двух пламенно-ионизационных детекторах (ПИД) и количественном определении методом абсолютной градуировки.



### **Диапазон измеряемых концентраций хлорбензола:**

в водных вытяжках – от 0,005 до 0,050 мг/дм<sup>3</sup>, ПДК - 0,020 мг/дм<sup>3</sup>

в воздушной вытяжках – от 0,02 до 0,20 мг/м<sup>3</sup>, ПДК - 0,10 мг/дм<sup>3</sup>

### **Хлорбензол нормируется в изделиях из поликарбоната**

В технических регламентах Таможенного Союза :

ТР ТС 005/2011, ТР ТС 007/2011, ТР ТС 008/2011, ТР ТС 019/2011

Модельные среды, имитирующие пищевую продукцию, для контакта с которой предназначена упаковка:

- воздух
- дистиллированная вода
- 0,3% и 3% раствор молочной кислоты
- 5% раствор поваренной соли
- 2% раствор уксусной кислоты, содержащей 2% поваренной соли
- 2% раствор лимонной кислоты
- 20% и 40% раствор этилового спирта



## Применяемое оборудование

- газовый хроматограф, оснащенный 2 ПИД, дозатором равновесного пара (ДРП) для водных вытяжек, термодесорбером – для воздушных.
- кварцевая капиллярная колонка **DB-624**, кварцевая капиллярная колонка **ZB-Wax**
- трубка сорбционная комбинированная из нержавеющей стали (в одной трубке — три сорбента различной сорбционной способности: **Tenax / Carborack B / Carbosieve**)



Газовый хроматограф с ДРП



Аспиратор воздуха



Газовый хроматограф с термодесорбером



Трубка сорбционная



## Основные метрологические характеристики (при доверительной вероятности $P=0,95$ )

Определяемое вещество	Диапазон измерений массовой концентрации	Предел повторяемости $CR_{0,95}$ , %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$ , %	Относительная расширенная неопределенность $U(X)$ , %
Хлорбензол в водной вытяжке	от 0,005 до 0,050 мг/дм <sup>3</sup>	21	29	22
Хлорбензол в воздушной вытяжке	от 0,02 до 0,20 мг/м <sup>3</sup>	12	13	26



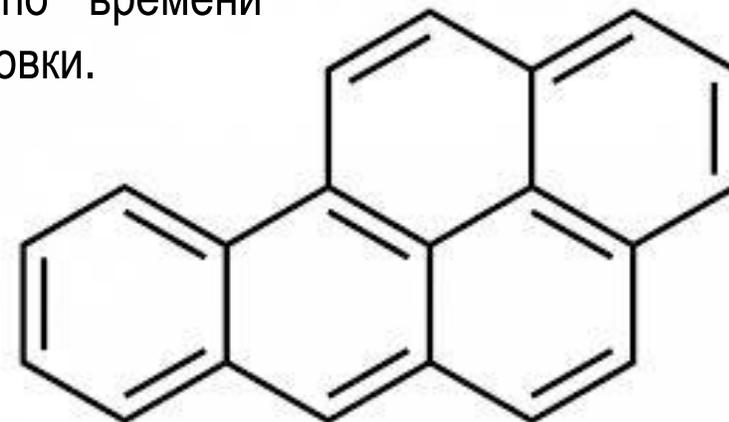
**АМИ.МН 0002-2021** Массовая концентрация бенз(а)пирена, выделяемого из изделий из парафинов, восков, резино-латексных композиций, в водной и воздушной средах. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Метод основан на извлечении бенз(а)пирена из водных вытяжек органическим растворителем (из воздушных – улавливанием на фильтры «синяя лента» с последующей экстракцией органическим растворителем), концентрировании экстракта путем полного удаления растворителя, растворении сухого остатка в ацетонитриле и количественном определении методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием; идентификации бенз(а)пирена по времени удерживания и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Диапазон измеряемых концентраций:

в водных вытяжках – от 0,5 до 10,0 нг/дм<sup>3</sup>, ПКО – 0,5 мг/дм<sup>3</sup>

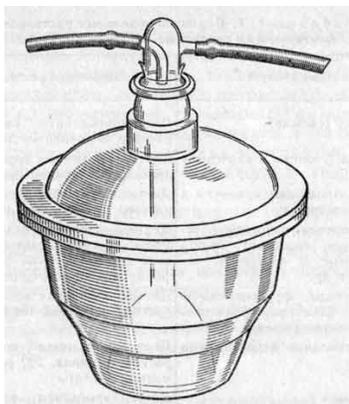
в воздушных вытяжках – от 5,0 до 100,0 нг/м<sup>3</sup>, ПКО – 5,0 мг/м<sup>3</sup>





## Применяемое оборудование и реактивы:

- Жидкостный хроматограф Thermo Finnigan Surveyor HPLC System
- Стальная колонка **Zorbax Eclipse XDB-C18** (150 × 4.6 мм × 5 мкм)
- Бенз(а)пирен с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %
- Ацетонитрил HPLC grade
- Гексан HPLC grade





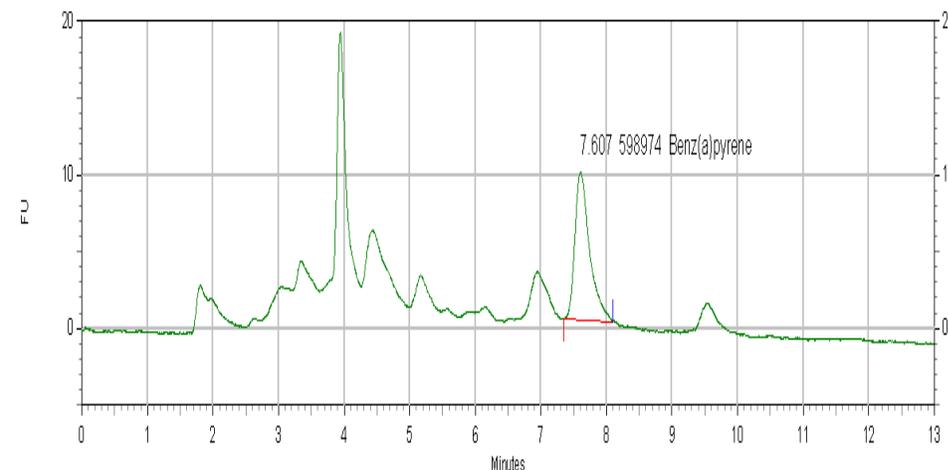
## Основные метрологические характеристики (при доверительной вероятности $P=0,95$ )

Диапазон измерений массовой концентрации	Предел повторяемости $r$ , %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$ , %	Относительная расширенная неопределенность $U(X)$ , %
<b>Для водной вытяжки</b>			
От 0,50 до 1,25 нг/дм <sup>3</sup> включ.	13	17	43
От 1,25 до 10,00 нг/дм <sup>3</sup> включ.			27
<b>Для воздушной вытяжки</b>			
От 5,0 до 12,5 нг/м <sup>3</sup> включ.	10	13	39
От 12,5 до 100,0 нг/м <sup>3</sup> включ.			21

## Условия хроматографирования

Хроматографическая колонка	Zorbax Eclipse XDB-C18 (150×4.6 мм×5 мкм)
Состав подвижной фазы	ацетонитрил : вода – 98 : 2
Длина волны возбуждения	290 нм
Длина волны эмиссии	430 нм
Скорость потока	0,5 см <sup>3</sup> /мин
Температура термостата колонки	35 °С
Объем вводимой пробы	10 мкл

Линейность градуировочного графика: **0,1 – 2,0 нг/см<sup>3</sup>**  
 Диапазон измерения в водной вытяжке: **0,5 – 10,0 нг/дм<sup>3</sup>**



Хроматограмма водной вытяжки с добавкой раствора бенз(а)пирена концентрацией 0,5 нг/см<sup>3</sup>

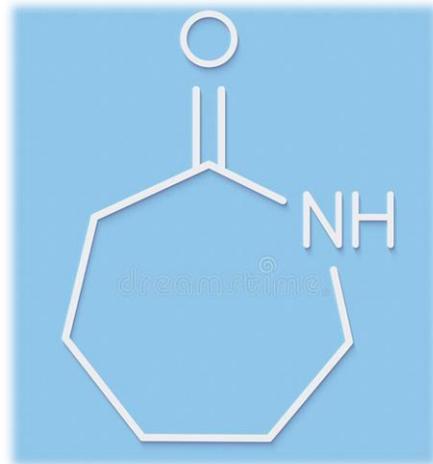


**АМИ.МН 0003-2021 «Массовая концентрация ε-капролактама, выделяемого из изделий из полиамидов, в водной и воздушной средах. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»**

Метод основан на определении ε-капролактама, выделившегося из образца в дистиллированную воду или модельный раствор (из воздушной среды - в поглотительный прибор, заполненный дистиллированной водой), методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением жидкостного хроматографа с диодно-матричным детектором и количественном определении методом абсолютной градуировки

Диапазон измеряемых концентраций в водных вытяжках  
в водных вытяжках – от 0,10 до 2,0 мг/дм<sup>3</sup>, ПКО – 0,10 мг/дм<sup>3</sup>  
в воздушных вытяжках – от 0,02 до 0,40 мг/м<sup>3</sup>, ПКО – 0,02 мг/м<sup>3</sup>

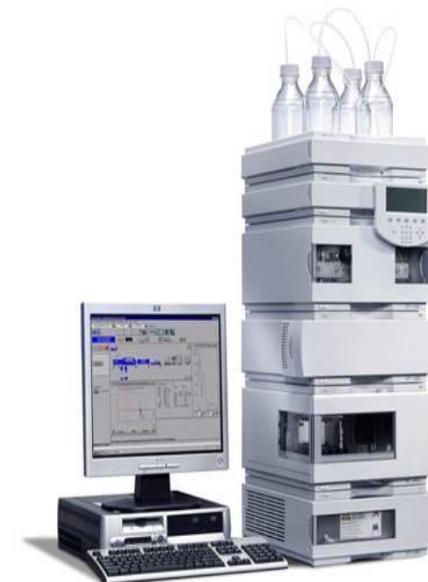
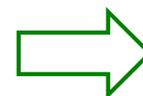
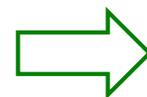
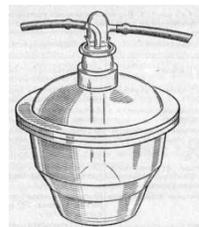
Капролактама нормируется в изделиях из полиамида в водной и воздушной средах:  
В технических регламентах Таможенного Союза :  
ТР ТС 005/2011, ТР ТС 007/2011, ТР ТС 008/2011, ТР ТС 017/2011,  
ТР ТС 019/2011, ТР ТС 025/2011, ТР ТС 042/2017





## Применяемое оборудование и реактивы:

- Жидкостный хроматограф **Agilent 1260 Infinity** с диодно-матричным детектором
- Стальная колонка Poroshell 120 EC-C18 (50 × 4,6 мм, 2,7 мкм)
- Капролактam с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %
- Метанол HPLC grade





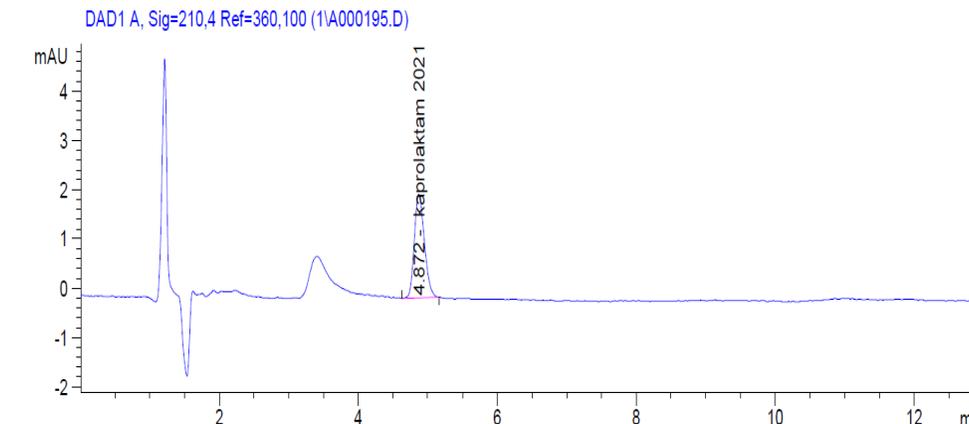
## Основные метрологические характеристики (при доверительной вероятности $P=0,95$ )

Диапазон измерений массовой концентрации	Предел повторяемости $r, \%$	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}, \%$	Относительная расширенная неопределенность $U(X), \%$
<b>Для водной вытяжки</b>			
От 0,10 до 0,25 мг/дм <sup>3</sup> включ.	6	14	42
От 0,25 до 2,00 мг/дм <sup>3</sup> включ.			18
<b>Для воздушной вытяжки</b>			
От 0,02 до 0,05 мг/м <sup>3</sup> включ.	6	18	47
От 0,05 до 0,40 мг/м <sup>3</sup> включ.			20

## Условия хроматографирования

Хроматографическая колонка	Poroshell 120 EC-C18 (50×4,6 мм×2,7 мкм)
Состав подвижной фазы	метанол : вода – 20 : 80
Спектр поглощения	210 нм
Скорость потока	0,4 см <sup>3</sup> /мин
Температура термостата колонки	30 °С
Объем вводимой пробы	10 мкл

Линейность градуировочного графика: **0,1 – 2,0 нг/см<sup>3</sup>**  
 Диапазон измерения в водной вытяжке: **0,5 – 10,0 нг/дм<sup>3</sup>**



Типичная хроматограмма градуировочного раствора е-капролактама с массовой концентрацией 0,4 мкг/см<sup>3</sup>