ГОСТ 35223-2024 «МАТЕРИАЛЫ РАЗЛИЧНОГО СОСТАВА. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРОВНЯ МИГРАЦИИ ХЛОРБЕНЗОЛА, ВЫДЕЛЯЕМОГО ИЗ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИКАРБОНАТА, В ВОДНУЮ И ВОЗДУШНУЮ СРЕДЫ»

Федоренко Е.В., Рута-Жуковская Е.А., Крымская Т.П., Лебединская К.С., Чеботкова Д.В.

НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии, вирусологии и микробиологии РЦГЭиОЗ

1. Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения хлорбензола, выделяемого из изделий из поликарбоната, в водную среду в диапазоне концентраций от 0,005 до 0,050 мг/дм³ и в воздушную среду в диапазоне концентраций от 0,02 до 0,20 мг/м³ методом газовой хроматографии.

2. Принцип метода

Определение хлорбензола в водных и воздушных средах выполняют методом газовой хроматографии.

Принцип метода определения хлорбензола в водных средах основан на извлечении хлорбензола из водных сред газовой экстракцией при нагревании пробы в замкнутом объеме, газохроматографическом анализе равновесной паровой фазы с использованием двух параллельных кварцевых капиллярных колонок, идентификации хлорбензола по временам удерживания на двух каналах ПИД и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Принцип метода определения хлорбензола в воздушных средах основан на извлечении хлорбензола из воздушной среды твердым сорбентом, его термической десорбции и определении на капиллярных колонках с различной полярностью неподвижной фазы, детектировании на двух каналах ПИД и количественном определении методом абсолютной градуировки.

3. Метод определения хлорбензола в водных средах

Отбирают 10 см³ водной среды, помещают в виалу, содержащую 1 г натрия сернокислого безводного, герметизируют крышкой. Для анализа отбирают две параллельные пробы.

Условия работы дозатора равновесного пара и условия хроматографирования

Условие	Значение				
Параметры хроматографа					
Давление на входе в колонку	95 кПа, режим без сброса				
Температура испарителя	250 ºC				
Температура детектора (ПИД)	250 ºC				
Объемный расход водорода	30 cм ³ /мин				
Объемный расход воздуха	300 cм ³ /мин				
Температурный режим	40°C (7 мин); 5°C /мин до 110°C; 50°C /мин до 220°C				
	(2 мин)				
Параметры ДР	П				
Вспомогательный газ	Азот				
Время термостатирования виалы с пробой	40 мин (при встряхивании -				
	20 мин)				

80 ºC

145 ºC

135 ºC

от 1 до 3 см³

25,2 мин

4. Метод определения хлорбензола в воздушных средах

Воздух с объемным расходом 100 см3/мин аспирируют в течение 25 мин через 2 сорбционные трубки (трубка сорбционная комбинированная — Tenax GR 35/60/Carbopack В 60/80/ Carbosieve SIII 60/80), присоединенные к эксикатору или выходным штуцерам климатической камеры, с размещенным испытуемым образцом. Одновременно отбирают две параллельные пробы.

Условия работы термодесорбера и условия хроматографирования

Условие	Значение				
Параметры хроматографа					
Температура детектора (ПИД)	250 °C				
Температура испарителя	220 °C				
Режим ввода пробы	без деления				
Температурный режим	45 °C (7 мин); 5 °C /мин до 135 °C;				
	20 °C /мин до 220 °C (7 мин);				
Давление на входе в колонку	52,694 кПа				
Объемный расход поддувного газа	50 cm ³ /мин				
Объемный расход водорода	50 cm ³ /мин				
Объемный расход воздуха	500 cm ³ /мин				
Общее время анализа	36,25 мин				
Условия проведения десорбции					
Температура десорбции	250 °C				
Объемный расход продувочного газа	30 cм ³ /мин				
Время десорбции	8 мин				
Условия проведения анализа					
Температура ловушки (верхняя)	250 °C				
Скорость нагрева	500 °С/мин				
Время нагрева	2 мин				
Условия проведения очистки					
Температура трубки	280 °C				
Объемный расход продувочного газа	100 cм ³ /мин				
Время очистки	25 мин				

5. Результаты

Разработан ГОСТ 35223-2024 «Материалы различного состава. Методы определения уровня миграции хлорбензола, выделяемого из изделий из поликарбоната, в водную и воздушную среды» Диапазон измерений массовой концентрации хлорбензола в водную среду от 0,005 до 0,050 мг/дм³ и в воздушную среду от 0,02 до 0,20 мг/м³

Определяемо вещество	Диапазон измерений ое концентраций, мг/ дм ³ (мг/ м ³)	Предел повторяе- мости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(T0)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U(X), %
Хлорбензол в водных средах	от 0,005 до 0,050	24	29	23
Хлорбензол в воздушных средах	от 0,02 до 0,20	12	13	28





Температура термостата виалы с пробой

Объем вводимой дозы равновесного пара

Температура переходной линии

Температура манифолда

Общее время анализа