

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

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

ГОСТ
EN 16521—
2016

ПРОДУКЦИЯ
ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии
для идентификации и определения 12 фталатов

(EN 16521:2014, Cosmetics — Analytical methods — GC/MS method
for the identification and assay of 12 phthalates in cosmetic samples ready
for analytical injection, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 20 апреля 2016 г. № 87-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2023 г. № 1680-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16521—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16521:2014 «Косметика. Аналитические методы. Метод ГХ/МС для идентификации и анализа 12 фталатов в пробах косметической продукции, готовых для аналитического инъектирования» («Cosmetics — Analytical methods — GC/MS method for the identification and assay of 12 phthalates in cosmetic samples ready for analytical injection», IDT).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом CEN/TC 392 «Косметика» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Фталаты представляют собой эфиры фталевой кислоты (рисунок 1). Приблизительно 80 % всех промышленно синтезируемых фталатов приходится на так называемые «пластификаторы», придающие пластмассам гибкость без ущерба для их прочности и долговечности. Эти соединения присутствуют также в косметической продукции, такой как парфюмерные изделия и средства гигиены. Некоторые фталаты, в особенности те из них, которые обладают низкой молекулярной массой, добавляются в косметическую продукцию в качестве самостоятельных компонентов, например диэтилфталат (ДЭФ) и диметилфталат (ДМФ) служат растворителями и фиксаторами для парфюмерных композиций [1]—[3], а кроме того, ДЭФ может применяться для денатурации этанола [2], [4]. Таким образом, наличие фталатов в подобной продукции может объясняться целенаправленным добавлением их в процессе производства либо быть следствием их миграции из упаковочных материалов, если применяется пластиковая упаковка. Загрязнителями фталаты могут выступать и в том случае, если они присутствовали в процессе производства или содержались в используемом сырье. В литературе предлагаются несколько методов анализа, предназначенных для определения содержания фталатов в косметической продукции [1], [4]—[12].

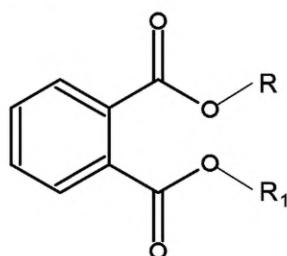


Рисунок 1 — Эфиры фталевой кислоты

В настоящем стандарте предлагается использовать метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии (далее — ГХ/МС) для одновременного анализа содержания 12 различных фталатов согласно таблице 1 в пробах косметической продукции, готовых для аналитического инъектирования. Эти хроматографические условия не подходят для количественного определения дизононилфталата (ДИНФ) или дизодецилфталата (ДИДФ). Однако, по мнению Научного комитета по потребительским товарам [13], возможное присутствие ДИНФ и ДИДФ в косметической продукции едва ли представляет угрозу для здоровья человека. Метод ГХ/МС, основанный на химической ионизации положительных ионов с применением аммиака в качестве газа для соударений, описан в литературе для определения подобных соединений в косметической продукции [14].

Анализ выполняется на системе ГХ/МС в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ). Разделение фталатов выполняют на капиллярной колонке размерами 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × × 0,25 мкм (толщина пленки) с фазой 5 %-фенил/95 %-диметилполисилоксана с использованием градиента температур. Количественное определение фталатов осуществляют с применением метода внутреннего стандарта или путем внесения стандартной добавки. Пробы косметической продукции анализируются непосредственно или после их предварительного разбавления этанолом [15].

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

**Метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии
для идентификации и определения 12 фталатов**

Cosmetics.
GC/MS method for the identification and assay of 12 phthalates

Дата введения — 2025—01—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод ГХ/МС, применяемый для анализа 12 фталатов, содержание 8 из которых регулируется [16]. Данный метод предназначен для исследования проб косметической продукции или сырья для производства косметической продукции, готовых для аналитического инжектирования. После разбавления проб они должны обеспечивать возможность выполнения ГХ-анализа. Данный метод не включает в себя требования по приготовлению проб косметической продукции, прямой ввод которых в газовый хроматограф невозможен.

2 Реактивы

Если не указано иное, используют реактивы со степенью чистоты «чистый для анализа».

2.1 Определяемые фталаты

Таблица 1 — Определяемые фталаты

Фталаты	Номер CAS	Изготовитель ^{b)}	Чистота
ДБФ ^{a)} (дибутилфталат)	84–74–2	ALDRICH	97,0 %
ДЭГФ ^{a)} (диэтилгексилфталат)	117–81–7	ALDRICH	99,8 %
ББФ ^{a)} (бутилбензилфталат)	85–68–7	ALDRICH	97,0 %
ДМЭФ ^{a)} (ди(2-метоксиэтил) фталат)	117–82–8	ALDRICH	97,0 %
ДнПФ ^{a)} (ди-н-пентилфталат)	131–18–0	CIL CLUZEAU	99,0 %
ДиПФ ^{a)} (дизопентилфталат)	605–50–5	CIL CLUZEAU	95,0 %
ДПФ ^{a)} (н-пентилизопентилфталат)	84777–06–0	CIL CLUZEAU	95,0 %*
ДиБФ ^{a)} (дизобутилфталат)	84–69–5	ACROS	98,0 %
ДЦГФ (дициклогексилфталат)	84–61–7	ALDRICH	98,0 %
ДЭФ (диэтилфталат)	84–66–2	ACROS	98,0 %
ДМФ (диметилфталат)	131–11–3	ACROS	98,0 %

Окончание таблицы 1

Фталаты	Номер CAS	Изготовитель ^{b)}	Чистота
ДнОФ (ди-н-октилфталат)	117–84–0	ALDRICH	98,0 %
^{a)} Фталаты, содержание которых подлежит регулированию. ^{b)} Это примеры подходящих серийно выпускаемых продуктов. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не дает оснований рассматривать указанную продукцию в качестве рекомендованной СЕN.			
* Смешанные изомеры (ДиПФ, ДнПФ и ДПФ).			

2.2 Этанол

2.3 Внутренний стандарт, в качестве внутреннего стандарта (ISTD) использован 4,4-дигромодифенил 97,0 % производства Fluka¹⁾.

2.4 Основной раствор внутреннего стандарта (SM-ISTD), $c = 1000 \text{ мкг/мл}$.

Взвешивают приблизительно 10 мг 4,4-дигромодифенила (2.3) и помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл. Вначале растворяют навеску в небольшом количестве этанола (2.2), а затем этанолом доводят объем раствора до метки. Этот раствор приготавливают ежедневно.

2.5 Основной раствор фталатов, $c = 500 \text{ мкг/мл}$ (SM).

Взвешивают приблизительно по 10 мг каждого из фталатов (2.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл. Вначале растворяют навеску в небольшом количестве этанола (2.2), а затем доливают этанол до метки. В холодильнике этот основной раствор может храниться в течение 2 нед или более.

П р и м е ч а н и е — Ввиду малого количества ДиПФ (продается порциями по 10,0 мг) основной раствор данного фталата приготавливают отдельно от остальных. Таким образом, должны быть приготовлены два промежуточных основных раствора SM-1 и SM-2 с концентрацией 1000 мкг/мл. Если SM-1 приготавливают, помещая 10 мг каждого фталата (2.1), за исключением ДиПФ, в мерную колбу вместимостью 10,0 мл, то для приготовления SM-2 взвешивают 5,0 мг ДиПФ (2.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 5,0 мл. Готовый основной раствор SM получают, смешивая равные количества двух стандартных растворов ($c = 500 \text{ мкг/мл}$). В холодильнике все эти основные растворы могут храниться в течение 2 нед или более.

2.6 Калибровочные растворы (стандартные растворы)

Помещают 1,0 мл основного раствора фталатов SM (2.5) в мерную колбу вместимостью 10,0 мл и доливают этанол (2.2) до метки ($c = 50 \text{ мкг/мл}$). Из этого промежуточного раствора (S1) приготавливают по меньшей мере 5 калибровочных растворов, смешивая его с этанолом (2.2), после добавления 100 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD). Значения концентрации калибровочных растворов могут варьироваться от 0,25 до 5,0 мкг/мл с постоянной концентрацией ISTD, равной 10,0 мкг/мл. Эти калибровочные растворы приготавливают непосредственно перед проведением испытаний.

Если пробы косметической (парфюмерной) продукции непосредственно приготавливаются в хроматографической виале вместимостью 1,5 мл согласно 4.2, то в процесс приготовления калибровочных растворов необходимо внести соответствующие изменения: калибровочные растворы в диапазоне концентраций от 0,25 до 5,0 мкг/мл приготавливают без использования внутреннего стандарта, вместо этого 10 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD) добавляют непосредственно в хроматографическую виалу вместимостью 1,5 мл из расчета на 1,0 мл каждого калибровочного раствора. Эти калибровочные растворы приготавливают по мере необходимости непосредственно перед использованием. Виалы встряхивают, затем вводят раствор в хроматограф.

¹⁾ Это пример подходящего серийно выпускаемого продукта. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не дает оснований рассматривать указанную продукцию в качестве рекомендованной СЕN.

3 Инструменты и оборудование

3.1 Стандартное оборудование лаборатории

3.2 Оборудование для газовой хроматографии/масс-спектрометрии.

3.3 Газовый хроматограф, оборудованный пламенно-ионизационным детектором (для проверки степени чистоты калибровочных веществ)

3.4 Аналитическая колонка

Подтверждена эффективность использования следующих параметров:

Газохроматографическая колонка с низко летучей неподвижной фазой: 5 %-фенил-95 %-диметилполисилоксан, 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мкм или аналогичная.

4 Методика

4.1 Чистота определяемых фталатов и внутреннего стандарта

Чистота каждого определяемого фталата и внутреннего стандарта, а также соответствующие процентные доли геометрических изомеров (н-пентилизопентилфталат — ДПФ) подлежат определению при помощи ГХ с пламенно-ионизационным детектором для дальнейших расчетов.

4.2 Подготовка проб

1,0 г пробы косметической продукции, готовой для аналитического инъектирования, помещают в мерную колбу вместимостью 10,0 мл и доводят объем этанолом (2.2) до метки после добавления 100 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD). Полученный раствор вводят в хроматограф. В случае избыточной концентрации фталатов пробу предварительно разбавляют до приемлемого значения. Предел количественного определения с использованием подготовленной таким образом пробы устанавливается равным 5 млн⁻¹ (ppm).

Альтернативным способом подготовки пробы косметической продукции является ее приготовление непосредственно в газохроматографической виале вместимостью 1,5 мл. 10 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD) добавляют к 1,0 мл пробы косметической (парфюмерной) продукции. Виалы встряхивают, затем вводят раствор в хроматограф. Предел количественного определения с использованием подготовленной таким образом пробы устанавливается равным 0,5 млн⁻¹ (ppm). Калибровочные растворы приготавливают, как описано в 2.6.

4.3 Условия измерений в газовой хроматографии (ГХ)

При использовании указанного оборудования (3.2) и колонки (3.4) доказана целесообразность применения следующих условий:

Таблица 2 — Программа ГХ/МС

Оборудование	Газовый хроматограф (ГХ/МС) с масс-селективным детектором. Автоматический пробоотборник		
Колонка	ГХ колонка с неподвижной фазой: 5 %-фенил-95 %-диметилполисилоксан, 30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм (или аналогичная)		
Программа печи	Скорость изменения температуры	Значение температуры	Продолжительность
		100 °C	0 мин
	30 °C/мин	200 °C	0 мин
	3 °C/мин	260 °C	0 мин
	30 °C/мин	320 °C	5 мин
Температура инжектора T	300 °C		

Окончание таблицы 2

Температура интерфейса T	250 °C
Температура источника T	230 °C
Время анализа	30 мин
Газ/расход	Гелий/1 мл/мин
Устройство ввода пробы	С делением потока/без деления потока
Параметры инжектирования	1 мкл/постоянное давление, деление потока 1:20
Режим обнаружения	Квадрупольный
Режим ионизации	ЭУ (70 эВ)
Масс-детектирование (полное сканирование/селективный мониторинг ионов)	Идентификация: полное сканирование (масса/заряд от 40 до 350) Количественное определение: селективный мониторинг с использованием 3 специфических ионов
Внутренний стандарт	4,4-дибромодифенил
Калибровочные растворы	Концентрация от 0,25 до 5,0 мкг/мл
Применяемый растворитель	Этанол (для инжектирования)

Примеры хроматограмм, которые были получены с использованием программы ГХ/МС, описанной в таблице 2, приведены в приложении А (рисунок А.1).

4.4 Детектирование

4.4.1 Общие положения

Обнаружение и количественное определение могут выполняться путем оценки масс-спектров отдельных фталатов. Значения относительного удерживания (ОУ), отношения масса/заряд ионов, используемых для количественного определения, а также отношения интенсивности пиков ионов, получаемых на стандартном растворе для каждого фталата, приведены в таблице 3.

4.4.2 МС-детектирование в режиме селективного мониторинга ионов(SIM)

- 1) от 2,5 мин — ионы 135;163; 194 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
- 2) от 4,0 мин — ионы 105; 149; 177 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
- 3) от 5,0 мин — ионы 104; 149; 223 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
- 4) от 7,0 мин — ионы 59; 104; 149; 205; 223 (минимальное время выдержки 30 мс/ион);
- 5) от 8,2 мин — ионы 104; 149; 219; 237; 310; 312 (минимальное время выдержки 25 мс/ион);
- 6) от 10,5 мин — ионы 57; 71; 97 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
- 7) от 13,0 мин — ионы 91; 149; 206 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
- 8) от 16,5 мин — ионы 149; 167; 225; 226; 249; 279 (минимальное время выдержки 25 мс/ион);
- 9) от 20,0 мин — ионы 149; 167; 279 (минимальное время выдержки 50 мс/ион).

Значения времени удерживания для каждой группы должны определяться после ввода в хроматограф.

П р и м е ч а н и е 1 — Корректное минимальное время выдержки на ион для окна SIM, включающего три фрагмента, составляет 50 мс. В случае с 6 ионами может применяться время выдержки из расчета 25 мс/ион. Для приемлемого количественного определения необходимо получить не менее 10 точек на каждый пик.

Таблица 3 — Перечень ионов (масса/заряд), используемых для количественного определения, и отношение пиков ионов

Наименование соединения	Характеристическое ОУ	Ион 1 (масса/заряд)	Ион 2 (масса/заряд)	Ион 3 (масса/заряд)	Отношение пиков ионов 2/1, % ^{b)}	Отношение пиков ионов 3/1, % ^{b)}
ДМФ	0,43	163	194	135	6	6
ДЭФ	0,52	149	177	105	25	10

Окончание таблицы 3

Наименование соединения	Характеристическое ОУ	Ион 1 (масса/заряд)	Ион 2 (масса/заряд)	Ион 3 (масса/заряд)	Отношение пиков ионов 2/1, % ^{b)}	Отношение пиков ионов 3/1, % ^{b)}
ДиБФ ^{a)}	0,78	149	104	223	5	2
ДБФ ^{a)}	0,91	149	205	223	4	6
ДМЭФ ^{a)}	0,96	59	149	104	10	8
ISTD ^{c)}	1,00	312	310	314	20	40
ДиПФ ^{a)}	1,08	149	237	104	7	5
ДПФ ^{a)}	1,15	149	237	219	5	2
ДнПФ ^{a)}	1,23	149	237	104	6	4
ББФ ^{a)}	1,65	149	91	206	70	20
ДЦГФ ^{a)}	2,04	149	167	249	30	5
ДЭГФ ^{a)}	2,11	149	167	279	50	30
ДнОФ ^{a)}	2,57	149	279	167	18	3

^{a)} Фталаты, содержание которых подлежит регулированию.
^{b)} Максимально допустимые значения допуска для относительной интенсивности соответствуют требованиям [17].
^{c)} ISTD 4,4-дибромодифенил (CAS 92–86–4).

Значения относительного удерживания для каждого фталата должны определяться после ввода в хроматограф стандартного раствора. Время удерживания ISTD (4,4-дибромодифенил) должно быть близко к 8,5 мин. Ионы (масса/заряд), используемые для количественного определения, выделены в таблице жирным шрифтом. Следующие 2 иона (масса/заряд), представленные в таблице, являются характеристическими ионами, которые служат для подтверждения принадлежности соответствующих компонентов пробы. Некоторые фталаты имеют характеристические ионы с очень низкой интенсивностью, что выражается в малой специфичности отношения интенсивности пиков ионов (общая проблема для производных бензола, таких как фталаты).

В зависимости от используемого прибора, отношения интенсивности пиков ионов могут быть рассчитаны независимо от программного обеспечения ГХ/МС по следующей формуле:

Отношение интенсивности пиков ионов (масса/заряд_{ij}) = [(площадь (масса/заряд_{ij})/площадь (масса/заряд_i))] 100.

П р и м е ч а н и е 2 — При проведении анализов в систему регулярно вводят растворитель, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений за счет переноса исследуемого материала.

5 Оценка

5.1 Идентификация и количественное определение

Идентификацию фталатов выполняют путем сравнения времени удерживания и масс-спектров в пробе с веществами в градуировочных растворах. Количественное определение аналита осуществляют с применением функции калибровки или метода стандартных добавок. Градуировочные растворы хроматографируют в соответствии с условиями, приведенными в 4.2. Значения концентрации фталатов рассчитывают по градуировочной зависимости на основе полученных значений площади пиков. В случае с ДПФ градуировочную зависимость строят для основного изомера. В случае с ДиПФ и ДнПФ учитывают изомеры ДПФ.

5.2 Расчеты

Содержание фталатов w в пробе рассчитывают по формуле (1)

$$w = \frac{c \cdot V \cdot F}{m \cdot 10000}, \quad (1)$$

где w — содержание фталата, г/100 г;

c — концентрация фталата в растворе пробы, определяемая при помощи функции калибровки, мкг/мл;

V — объем раствора пробы, мл;

F — коэффициент разбавления, если требуется;

m — исходная масса пробы, г.

П р и м е ч а н и е — Для справки: данные валидации, используемые в протоколе валидации, были получены с использованием аналитического подхода, описание которого приведено в ISO 12787 и опубликовано в «Журнале хроматографии А», 1253 (2012) 144—153 [15].

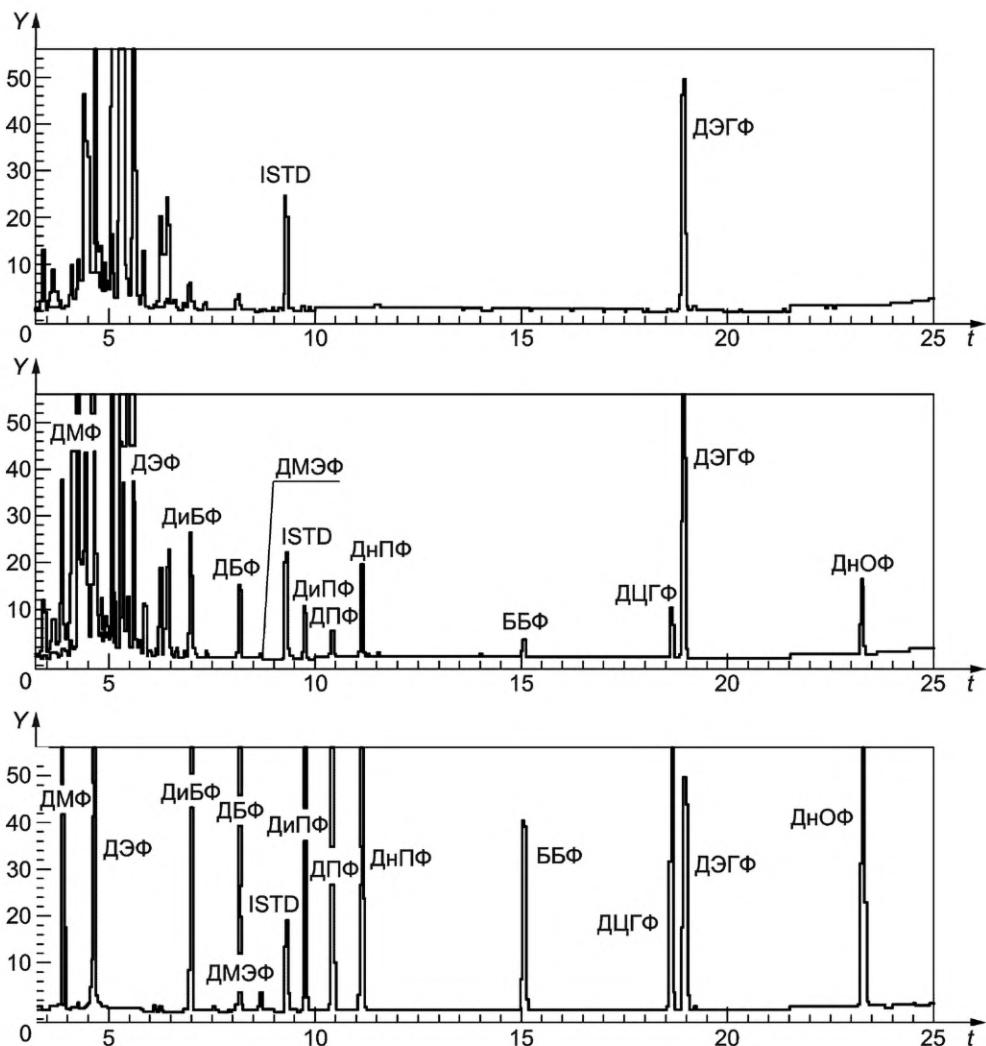
6 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должна указываться следующая информация:

- а) необходимая информация для идентификации пробы (вид, происхождение и обозначение пробы);
- б) ссылка на настоящий стандарт;
- с) дата и время отбора пробы (если известны);
- д) дата поступления и дата направления на анализ;
- е) дата проведения испытаний;
- ф) результаты испытаний и единицы, в которых они выражаются;
- г) сведения о любых отступлениях от настоящего метода, с обоснованием;
- х) сведения о выполнении любых операций, не предусмотренных методом либо рассматриваемых как необязательные, которые могли оказать влияние на полученные результаты;
- и) идентификационные данные лаборатории, проводившей испытания;
- ж) идентификационные данные, дата и подпись лица, ответственного за оформление протокола.

Приложение А
(справочное)

Примеры хроматограмм



Верхняя хроматограмма — проба без добавок.

Средняя хроматограмма — проба с добавками.

Нижняя хроматограмма — 5,0 мг/л стандартного раствора.

Y — интенсивность (ед.);

t — время, мин

Рисунок А.1 — Примеры хроматограмм, которые были получены с использованием программы ГХ/МС, представленной в таблице 2

Библиография

- [1] HUBINGER J.C., HAVERY D.C. Analysis of consumer cosmetic products for phthalate esters. *J. Cosmet. Sci.* 2006, 57 (2) pp. 127—137
(Анализ потребительской косметической продукции на наличие эфиров фталевой кислоты)
- [2] GÓMEZ-HENS A., AGUILAR-CABALLOS M.P. Social and economic interest in the control of phthalic acid esters. *Trends Analyt. Chem.* 2003, 22 (11) pp. 847—857
(Социально-экономическая целесообразность контроля содержания эфиров фталевой кислоты)
- [3] FDA April 19, 2001 Updated March 31, 2005 and February 7, 2008 «Phthalates and Cosmetic Products»
(Фталаты и косметическая продукция)
- [4] Godly E.W., Mortlock A.E. The determination of Di-n-alkyl phthalates in cosmetic preparations by gas-liquid chromatography. *Analyst (Lond.)*. 1973, 98 (168) pp. 493—501
(Определение Ди-н-алкилфталатов в косметических препаратах средствами газожидкостной хроматографии)
- [5] HUBINGER J.C. A survey of phthalate esters in consumer cosmetic products. *J. Cosmet. Sci.* 2010, 61 (6) pp. 457—465
(Исследование содержания эфиров фталевой кислоты в потребительской косметической продукции)
- [6] SHEN H.Y., JIANG H.L., MAO H.L. et al. Simultaneous determination of sevEN phthalates and four parabens in cosmetic products using HPLC-DAD and GC-MS methods. *J. Sep. Sci.* 2007, 30 (1) pp. 48—54
(Параллельное определение содержания семи фталатов и пяти парабенов в косметической продукции с использованием методов ВЭЖХ-ДМД и ГХ-МС)
- [7] KOO H.J., LEE B.M. Estimated exposure to phthalates in cosmetics and risk assessment. *J. Toxicol. Environ. Health.* 2004, 67 pp. 1901—1914
(Предположительное воздействие фталатов, содержащихся в косметической продукции, и оценка сопутствующих рисков)
- [8] CHEN H., WANG C., WANG X. et al. Determination of phthalate esters in cosmetics by gas chromatography with flame ionization detection and mass spectroscopic detection. *Int. J. Cosmet. Sci.* 2005, 27 pp. 205—210
(Определение эфиров фталевой кислоты в косметических изделиях средствами газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором и масс-спектроскопическим детектором)
- [9] DE ORSI D., GAGLIARDI L., PORRÀ R. et al. A environmentally friendly reversed-phase liquid chromatography method for phthalates determination in nail cosmetics. *Anal. Chim. Acta*. 2006, 555 (2) pp. 238—241
(Экологически безопасный метод жидкостной хроматографии с обращенной фазой для определения фталатов в косметической продукции для ногтей)
- [10] SU R., ZHAO X., LI Z. et al. Poly(methacrylic acid-co-ethylene glycol dimethacrylate) monolith microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of phthalate esters in cosmetics. *Anal. Chim. Acta*. 2010, 676 pp. 103—108
(Микроэкстракция поли (метакриловой кислоты этиленгликольдиметилакрилата) монолита в сочетании с высокоэффективной жидкостной хроматографией для определения эфиров фталевой кислоты в косметической продукции)
- [11] KAMAREI F., EBRAHIMZADEH H. et al. Optimization of ultrasound-assisted emulsification microextraction with solidification of floating organic droplet followed by high performance liquid chromatography for the analysis of phthalate esters in cosmetic and environmental water samples. *Microchem. J.* 2011, 99 (1) pp. 26—33
(Оптимизация микроэкстракции с эмульсификацией ультразвуком путем отверждения плавающих капель органических веществ с последующим применением высокоэффективной жидкостной хроматографии для анализа эфиров фталевой кислоты в образцах косметической продукции и образцах природной воды)
- [12] MAHUGO-SANTANA C. et al. Application of new approaches to liquid-phase microextraction for the determination of emerging pollutants. *Trends Analyt. Chem.* 2011, 30 (5) pp. 731—748
(Применение новых подходов в жидкофазной микроэкстракции для определения возникающих загрязнений)
- [13] SCCP/1016/06, Opinion on phthalates in cosmetic products. Scientific Committee on Consumer Products
(Заключение о фталатах в косметической продукции. Научный комитет по потребительским товарам)
- [14] GEORGE C., PREST H. 2002. «Determination of phthalate esters by positive chemical ionization MS with retention-time locked GC», *LCGC North America* 20 (2), www.chromatographyonline.com (accessed September 2003)
(Определение эфиров фталевой кислоты средствами МС с химической ионизацией положительных ионов и ГХ с фиксацией времени удерживания)

- [15] GIMENO P., MAGGIO A.F., BOUSQUET C. et al. Analytical method for the identification and assay of 12 phthalates in cosmetic products: Application of the ISO 12787 international standard «Cosmetics-Analytical methods-Validation criteria for analytical results using chromatographic techniques». J. Chromatogr. A. 2012, 1253 pp. 144—153
(Аналитический метод идентификации и анализа 12 фталатов в косметической продукции. Применение международного стандарта ISO 12787 «Косметика. Аналитические методы. Критерии для подтверждения аналитических результатов с использованием хроматографии»)
- [16] Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on cosmetic products, OJ L 342, 22.12.2009, p. 59—209, Annex II (entrance 675, 677, 678, 1151 and 1152) and Article 15, with Regulation (EC) 1272/2008, Annex VI and Regulation (EC) 790/2009, Annexes II & V
(Регламент (ЕС) № 1223/2009 Европейского парламента и Совета Европейского союза от 30 ноября 2009 г. «О косметической продукции»)
- [17] 2002/657/EC: Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (notified under document number C (2002) 3044), OJ L 221, 17.8.2002, p. 8—36
(Решение Комиссии от 12 августа 2002 г. во исполнение Директивы Совета Европейского союза 96/23/EC о применении аналитических методов и толковании результатов)
- [18] European Pharmacopoeia 7.0; 5.3 «Statistical analysis of results of biological assays and tests»
(Статистический анализ результатов биологических анализов и испытаний)
- [19] GARRIDO FRENICH A., MARTÍNEZ VIDAL J.L., FERNÁNDEZ MORENO J.L. et al. Compensation for matrix effects in gas chromatography –tandem mass spectrometry using a single point standard addition. J. Chromatogr. A. 2009, 1216 pp. 4798—4808
(Компенсация матричных эффектов в газовой хроматографии: tandemная масс-спектрометрия с использованием одноточечной стандартной добавки)
- [20] ANTLER M., JANE MAXWELL E. et al. Online Standard additions Calibration of Transient Signals for Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. Anal. Chem. 2007, 79 pp. 688—694
(Градуировка переходных сигналов по методу стандартных добавок в режиме реального времени для масс-спектрометрии с индуктивно связанный плазмой)
- [21] J. C. Miller and J. N. Miller «Statistics for Analytical Chemistry», Halsted Press, New York, 117—120 (2nd edition)
(Статистика для аналитической химии)

УДК 665.5.014:543.544.3(083.74)(476)

МКС 71.100.70

IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии, определение фталатов

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.01.2024. Подписано в печать 18.01.2024. Формат 60×84½. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

