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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 10130— 2016

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Обнаружение и определение содержания N-нитрозодиэтаноламина (NDELA) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC), пост-колоночным фотолизом и получением производных

[ISO 10130:2009, Cosmetics — Analytical methods — Nitrosamines. Detection and determination of N-nitrosodiethanolamine (NDELA) in cosmetics by HPLC, post-column photolysis and derivatization, IDT]

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

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 научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) 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 (протокол от 25 мая 2016 г. № 88-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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2023 г. № 1681-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 10130—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 10130:2009 «Косметические средства. Аналитические методы. Нитрозамины. Обнаружение и определение N-нитрозодиэтаноламина (NDELA) в косметике методом жидкостной хроматографии высокого разрешения (HPLC), постколоночным фотолизом и получением производных» [«Cosmetics — Analytical methods — Nitrosamines. Detection and determination of N-nitrosodiethanolamine (NDELA) in cosmetics by HPLC, post-column photolysis and derivatization», IDT].

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного 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»

© ISO, 2009
© 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

Окружающая среда, продукты питания, средства личной гигиены могут выступать в качестве источников N-нитрозаминов, с которыми непосредственно взаимодействует человек. В ходе исследований было выявлено, что N-нитрозамины проявляют потенциальную канцерогенную активность в отношении некоторых видов животных, в связи с чем минимизация воздействия N-нитрозаминов на организм человека признана одной из важнейших целей сохранения здоровья людей. Среди N-нитрозаминов N-нитрозодиэтаноламин (NDELA) признан в качестве потенциального загрязнителя косметической продукции.

В связи с этим было разработано несколько аналитических методов обнаружения и определения присутствия NDELA в косметической продукции. Примерами таких методов являются метод газовой хроматографии/термоэнергетический анализ, жидкостная хроматография высокого разрешения в сочетании либо с масс-спектрометрическим определением, либо с фотолизом и колориметрическим количественным определением. В последнем методе применяются новейшие технологии, обеспечивающие максимальную точность определения NDELA, позволяющие минимизировать риск искусственного образования NDELA в анализируемой продукции и провести точное количественное определение.

Метод, приведенный в данном стандарте, включает в себя разделение и определения содержания следовых количеств N-нитрозодиэтаноламина (NDELA) в ингредиентах косметической продукции и матрицах косметической продукции при помощи высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с пост-колоночным фотолизом и получением производных.

В основу настоящего стандарта положены результаты совместных исследований [2] семи лабораторий, опубликованные в 2006 году. Критерии достоверности приведены в [2].

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

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Обнаружение и определение содержания N-нитрозодиэтаноламина (NDELA) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC), пост-колоночным фотолизом и получением производных

Cosmetics. Detection and determination of N-nitrosodiethanolamine (NDELA) by High-performance liquid chromatography (HPLC), post-column photolysis and derivatization

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения и определения содержания N-нитрозодиэтаноламина (NDELA) в косметической продукции и сырье для ее изготовления, с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC) с пост-колоночным фотолизом и получением производных.

Данный метод не применяют для обнаружения и/или определения содержания других нитрозаминов, а также для обнаружения и/или определения содержания NDELA в продукции, не являющейся косметической продукцией или сырьем для ее изготовления.

Данный метод применяют для анализа косметической продукции в том случае, если загрязнение продукции NDELA возможно посредством ингредиентов, либо образование NDELA возможно в результате смешения ингредиентов, метод является альтернативой методу, изложенному в [1].

Данный метод не применяется к матрицам, содержащим окислительные красители.

2 Сущность метода

Проводят экстрагирование NDELA из проб косметической продукции, используя воду. Если пробы не диспергируются в воде, извлечение выполняют посредством твердофазной экстракции (ТФЭ, см. 5.3.3) с использованием картриджа С18, либо жидкостной экстракции, используя дихлорметан в качестве растворителя (извлечение ДХМ, см. 6.3.2). Полученные экстракты анализируют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC) с пост-колоночным фотолизом и получением производных. NDELA отделяют от косметической матрицы с помощью обращенно-фазовой жидкостной хроматографии. В результате фотолиза под воздействием ультрафиолетового излучения *N*-нитрозная связь разрывается с образованием нитрит-иона. Согласно реакции Грисса нитритная функциональная группа диазотируется сульфаниламидом в кислой среде, а затем соединяется с *N*-(1-нафтил) этилендиамин дигидрохлоридом (NED), образуя азокраситель пурпурного цвета, который количественно определяют спектрофотометрическим методом при максимальной длине волны, λ_{max}, равной 540 нм (см. приложение В).

Присутствие NDELA может быть подтверждено повторением анализа без стадии фотолиза (при этом не образуется нитрит-ион, поскольку не происходит разрыв *N*-нитрозной связи). Отсутствие хроматографического пика при времени удерживания, соответствующем NDELA на хроматограмме, подтверждает, что пик, наблюдаемый при первом анализе, соответствует NDELA.

Издание официальное

3 Реактивы

3.1 **Метанол**, пригодный для HPLC анализа.

3.2 **Вода**, пригодная для HPLC анализа.

3.3 **Дихлорметан**, пригодный для HPLC анализа.

3.4 ***N*-Нитрозодиэтаноламин**, известной степени чистоты, превышающей 95 %. CAS No [116-57-7].

3.5 **Ортофосфорная кислота**, 85 %, аналитической степени чистоты.

3.6 **Ацетат аммония**, аналитической степени чистоты.

3.7 **Раствор ацетата аммония**, 1 моль/дм^3.

Растворяют 77,08 г ацетата аммония (3.6) в 1,0 дм^3 воды (3.2).

3.8 **Раствор ацетата аммония**, 0,02 моль/дм^3.

Берут 20 см^3 раствора ацетата аммония с концентрацией 1 моль/дм^3 (3.7) и доводят объем водой (3.2) до 1 дм^3.

3.9 ***N*-(1-Нафтил) этилендиамин дигидрохлорид**, известной степени чистоты, превышающей 98 %. CAS No. [1465-25-4].

Данный реактив должен храниться в герметично укупоренной упаковке в защищенном от света месте.

3.10 **Сульфаниламид**, известной степени чистоты, превышающей 99 %. CAS No. [63-74-1].

3.11 Реактив Грисса

Растворяют в мерной колбе 0,25 г *N*-(1-нафтил) этилендиамин дигидрохлорида (3.9) в воде (3.2), доводят объем до 250 см^3. Растворяют 4,0 г сульфаниламида (3.10) в 250 см^3 5 %-ного (масса/объем) водного раствора ортофосфорной кислоты, приготовленного из ортофосфорной кислоты со степенью чистоты 85 % (3.5). Смешивают реагенты в склянке из стекла янтарного цвета. Смесь хранят в защищенном от света месте.

Смесь пригодна к использованию в течение пяти дней после приготовления и должна оставаться бесцветной при хранении при температуре от 2 °С до 8 °С.

4 Аппаратура

Используются стандартные лабораторные стеклянная посуда и оборудование, а также:

4.1 **Механический смеситель** или **смеситель Vortex®**[1)].

4.2 **Стеклянные виалы для HPLC** вместимостью 20 см^3 с навинчивающейся крышкой Poly-Cone®.

4.3 **Полипропиленовая микропробирка вместимостью 1,5 см^3** для центрифугирования.

4.4 **Смесительный тройник с малым мертвым объемом**.

4.5 **Система для проведения твердофазной экстракции**, применяемая для проведения твердофазной экстракции (ТФЭ) проб (например, Vacmaster®[1)] или Visiprep®[1)]).

4.6 **Центрифуга,** способная развивать ускорение не менее 20000 g с программируемым температурным режимом.

4.7 **Колонка для твердофазной экстракции, например** Sep Pak®[1)] с картриджами C18 Waters или Bakerbond®[1)] C18-6 см^3, с 500 мг обращенно-фазного октадецилсилана, привитого к силикагелю, со средним диаметром частиц (APD), равным 40 мкм, 60Å.

4.8 **Аппаратура для жидкостной хроматографии высокого разрешения,** включающая: демпфер пульсирующий, емкость для элюента, насос, систему ввода пробы, систему обработки данных, т. е. интегратор, соединенный с детектором излучения УФ/видимого диапазона, оснащенным вольфрамовой лампой с чувствительностью 0,001 AUFS или 0,0005 AUFS (absorbance units full scan — оптических единиц полного сканирования).

4.9 **Насос для подачи реактива Грисса:** насос низкого давления без пульсации, также допускается использовать второй насос жидкостного хроматографа (LC) с такими же характеристиками, как у указанного ранее.

[1)] Аппаратура компаний Poly-Cone®, Vortex®, Vacmaster®, Visiprep®, Waters или Bakerbond®, Sep Pak®, Spherisorb® и Beam Boost® является примером продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанной продукции со стороны ISO.

4.10 **Модуль фотолиза:** фотохимический реактор, включающий тефлоновую реакционную спираль «высокого давления», длиной 5 м (или 6 м) и внутренним диаметром 0,3 мм, располагающуюся вокруг УФ-лампы низкого давления, испускающей излучение при длине волны 254 нм (например, фотореакторы Beam Boost®[1)]).

4.11 **Пост-колоночный модуль или термостат**, оборудованный тефлоновой реакционной спиралью объемом 1 см^3, и смесительным тройником с малым мертвым объемом. Спираль должна быть скручена определенным образом, с целью предотвращения размывания хроматографических зон [3].

4.12 **Хроматографическая аналитическая колонка с обращенной фазой С18**, например, Spherisorb®[1)] ODS II (октадецилсилана), защищенная предколонкой.

Хроматографическая колонка

- длина: 150 мм
- внутренний диаметр: 4,6 мм
- размер частиц: 5 мкм

Предколонка

- длина: 10 мм
- внутренний диаметр: 4,6 мм
- размер частиц: 5 мкм

4.13 Конфигурация пост-колоночной системы реактора (см. приложение С)

Соединительные трубки, установленные после клапана ввода пробы, должны быть настолько короткими, насколько это возможно.

Хроматографическую колонку напрямую подсоединяют к системе ввода пробы, снабженной пробоотборной петлей вместимостью 50 мм^3 или 100 мм^3. Фотохимический реактор (1), снабженный открытой трубчатой реакционной спиралью и ультрафиолетовой лампой (испускающей излучение при длине волны 254 нм), подсоединяют к выходу хроматографической колонки. Выход фотохимического реактора подсоединяют к одному из ответвлений смесительного тройника (2). Второе ответвление тройника подсоединяют к насосу, подающему реагент для получения производных (3). Третье ответвление подсоединяют к трубчатому реактору, включающему тефлоновую трубку, расположенную в постколоночном модуле (4). Выход трубчатого реактора подсоединяют к детектору УФ/видимого излучения (спектрофотометр) (5). Пики элюированных веществ контролируют с помощью микрокомпьютера, оснащенного имеющимся в продаже стандартным программным обеспечением.

5 Приготовление и хранение проб

5.1 Общие положения

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Большинство N-нитрозаминов являются потенциальными канцерогенами, необходимо предпринять все возможные меры предосторожности во избежание воздействия их на человека.

Все операции, связанные с использованием N-нитрозаминов или их растворов, должны выполняться в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу или ламинарном боксе.

Часто применяемые резиновые хирургические перчатки не обеспечивают достаточной защиты. Их необходимо снимать и выбрасывать сразу же после использования, а не носить в течение длительного периода времени.

Любые растворы, содержащие N-нитрозамины, должны удаляться безопасным способом.

Ультрафиолетовое (УФ) излучение разлагает N-нитрозамины, поэтому растворы N-нитрозодиэтаноламина и другие растворы N-нитрозаминов (стандартные растворы/экстракты) хранят в защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С.

Ввод анализируемой пробы должен осуществляться не позднее 24 ч после приготовления экстракта пробы.

[1)] Аппаратура компаний Poly-Cone®, Vortex®, Vacmaster®, Visiprep®, Waters или Bakerbond®, Sep Pak®, Spherisorb® и Beam Boost® является примером продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанной продукции со стороны ISO.

5.2 Приготовление градуировочных растворов

5.2.1 Основной градуировочный раствор

Готовят основной градуировочный раствор (S_0) NDELA в воде с концентрацией 1 мг/см^3. Данный раствор хранят не более 6 мес в защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С.

5.2.2 Градуировочный раствор с концентрацией 10 мкг/см^3

Из основного градуировочного раствора (S_0) разбавлением в воде (1:100) готовят градуировочный раствор с концентрацией 10 мкг/см^3 (S_1). Повторное разбавление S_1 в соотношении 1:100 выполняют для получения градуировочного раствора (S_2) с концентрацией 100 нг/см^3. Все приготовленные растворы хранят не более недели в защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С.

5.2.3 Рабочие растворы

Последовательным разбавлением градуировочного раствора (S_2) водой готовят рабочие градуировочные растворы с концентрацией 1 нг/см^3, 2 нг/см^3, 5 нг/см^3, 10 нг/см^3 и 20 нг/см^3 (см. рисунок А.1.) Данные растворы готовятся каждый день и хранятся в защищенном от света месте (см. таблицу 1).

Линейность калибровочной кривой проверяют в диапазоне концентраций от 1 нг/см^3 до 100 нг/см^3 (см. рисунок А.2).

Примеры типичных хроматограмм приведены на рисунках А.3 и А.4.

Таблица 1 — Приготовление рабочих растворов

Рабочие растворы	Объем градуировочного раствора (S_2)	Окончательный объем	Окончательная концентрация	Период стабильности	Условия хранения
Рабочий градуировочныйраствор W_1	100 мм^3	10 см^3	1 нг/см^3	1 сут	Хранить в защищенном от света месте
Рабочий градуировочный раствор W_2	200 мм^3	10 см^3	2 нг/см^3	1 сут	Хранить в защищенном от света месте
Рабочий градуировочный раствор W_3	500 мм^3	10 см^3	5 нг/см^3	1 сут	Хранить в защищенном от света месте
Рабочий градуировочный раствор W_4	1 см^3	10 см^3	10 нг/см^3	1 сут	Хранить в защищенном от света месте
Рабочий градуировочный раствор W_5	2 см^3	10 см^3	20 нг/см^3	1 сут	Хранить в защищенном от света месте

5.3 Приготовление пробы

5.3.1 Общие положения

Если косметическая продукция диспергируется (растворяется) в воде, извлечение NDELA необходимо проводить при помощи твердофазной экстракции (ТФЭ) (см. 5.3.2).

Если косметическая продукция не диспергируется в воде, для извлечения используют дихлорметан (ДХМ) (см. 5.3.3).

Способность к диспергированию конкретной косметической продукции должна оцениваться при использовании соответствующего извлекающего агента. Извлечение NDELA из одной и той же продукции не допускается проводить при помощи ТФЭ и ДХМ одновременно; извлекающий агент должен выбираться исходя из его способности обеспечивать диспергирование. Продукция, которая не диспергируется в воде, должна подвергаться извлечению с использованием ДХМ.

5.3.2 Твердофазная экстракция (ТФЭ)

Взвешивают приблизительно 2,0 г пробы в стеклянной виале (4.2) и записывают точную массу, диспергируют и доводят объем водой до 20 см^3. Перемешивают в течение 15 мин в механическом смесителе или в течение 1 мин в смесителе Vortex®. Центрифугируют в течение 10 мин (подготовка к ТФЭ).

Кондиционируют колонку твердофазной экстракции С18 сначала 3 $см^3$ метанола, затем 3 $см^3$ воды при расходе приблизительно 3,0 $см^3$/мин. Не позволяют колонке высыхать.

Помещают 5 $см^3$ подготовленной к ТФЭ пробы сверху катриджа С18 колонки твердофазной экстракции, первые 3 $см^3$ раствора отбрасывают. Собирают последующие 2 $см^3$ (при расходе приблизительно 3,0 $см^3$/мин) в стеклянные виалы для HPLC.

Фильтруют собранный раствор через соответствующий фильтр (при необходимости).

6 Проведение испытания

6.1 Общие положения

Для приготовленных проб обоих типов анализируют полученный экстракт на наличие NDELA методом HPLC с применением УФ-фотолиза и реакции Грисса.

6.2 Условия проведения хроматографии

Насос LC	Насос, оснащенный демпфером пульсаций
Разделительная колонка	См. 4.12
Предколонка	См. 4.12
Объем вводимой пробы	50 $мм^3$ или 100 $мм^3$
Подвижная фаза	Раствор ацетата аммония концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ (3.8)
Расход подвижной фазы	0,5 $см^3$/мин
Расход реактива Грисса	0,5 $см^3$/мин
Температура пост-колоночного реактора	50 °С
Термостат колонок	30 °С
Длина волны	540 нм
Модуль фотолиза	См. 4.10
Подача реактива Грисса	См. 4.9
Пост-колоночный реактор	См. 4.11
Детектор	См. 4.8

6.3 Устройство реакционной системы

Реакционная система состоит из четырех индивидуальных частей:

a) хроматографическая система;

b) реактор пост-колоночного фотолиза;

c) химический реактор;

d) детектор (см. приложение С).

ВАЖНО — Время работы хроматографа должно быть продлено не менее чем на 15 мин после появления пика NDELA, чтобы позволить элюирование потенциальных ингредиентов матрицы.

Общая хроматографическая и пост-колоночная система после использования должна промываться водой. Если система не будет использоваться в течение более двух дней, то перед промывкой водой колонку промывают метанолом. При повторном запуске системы ее необходимо промыть водой, чтобы избежать вторичной кристаллизации.

7 Обработка результатов

7.1 Калибровочная кривая

Строят калибровочную кривую, нанося на график концентрацию градуировочных растворов NDELA (см. 5.2.3) относительно их площади пика.

В случае количественного определения по калибровочной кривой коэффициент корреляции должен составлять не менее 0,990.

7.2 Условия эксперимента, обуславливающие достоверность измерений

См. [2].

7.3 Вычисление концентрации

Для определения концентрации NDELA в пробе применяют метод внешнего стандарта.

Определяют методом наименьших квадратов линейную регрессионную зависимость площадей пиков от концентрации NDELA в соответствующем стандартном растворе, выраженной в нанограммах на см^3 (нг/см^3).

Линейная зависимость увеличивающейся концентрации NDELA в стандартных растворах (выраженной в нанограмм на см^3) от соответствующей ей площади пика выражается следующим образом:

$$y = ax + b,$$

где a — наклон линии регрессии;

b — отрезок, отсекаемый на оси Y;

y — это площадь пика NDELA на хроматограмме, полученной для анализируемого экстракта пробы.

Массовую долю NDELA в испытуемой косметической продукции, w, выраженную в нг/г, вычисляют следующим образом:

$$\rho = (S_F - b)/a;$$

$$w = \rho \cdot V/m,$$

где ρ — концентрация NDELA в экстракте пробы, нг/см^3;

S_F — площадь пика NDELA, содержащегося в экстракте пробы;

b — отрезок, отсекаемый на оси Y;

a — наклон калибровочной кривой;

m — масса пробы косметической продукции, г;

V — 20 см^3 — для ТФЭ (твердофазной экстракции),
4 см^3 — для ДХМ (дихлорметана);

w — массовая доля NDELA в испытуемой косметической продукции, нг/г.

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификационные данные испытуемой продукции;

c) дату и метод отбора проб (если эта информация известна);

d) дату получения пробы лабораторией;

e) дату проведения испытания;

f) результаты испытания и единицы, в которых выражены эти результаты;

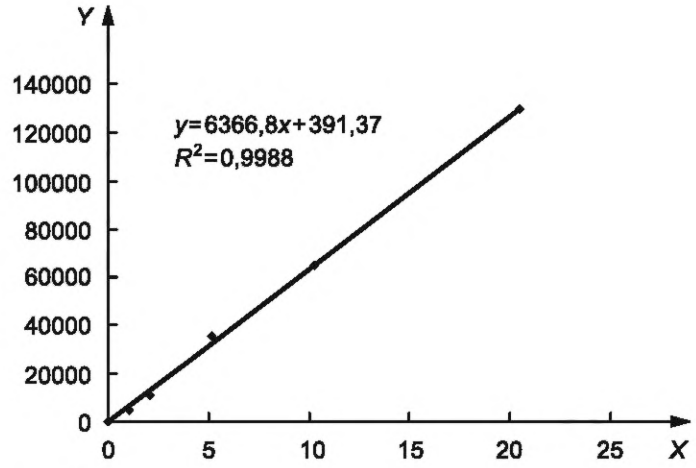
g) метод извлечения;

h) любые особенности, наблюдаемые при испытании;

i) все действия, не предусмотренные методом, или действия, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)

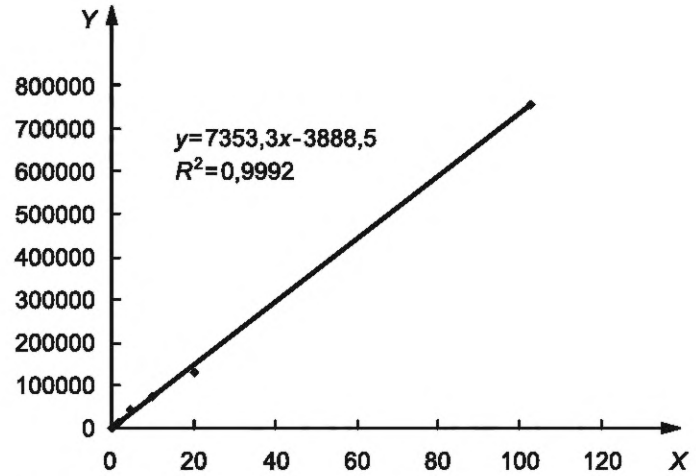
Примеры калибровочных кривых и типичных хроматограмм



Ось *X* — концентрация NDELA нг/см^3;

Ось Y — площадь пика NDELA

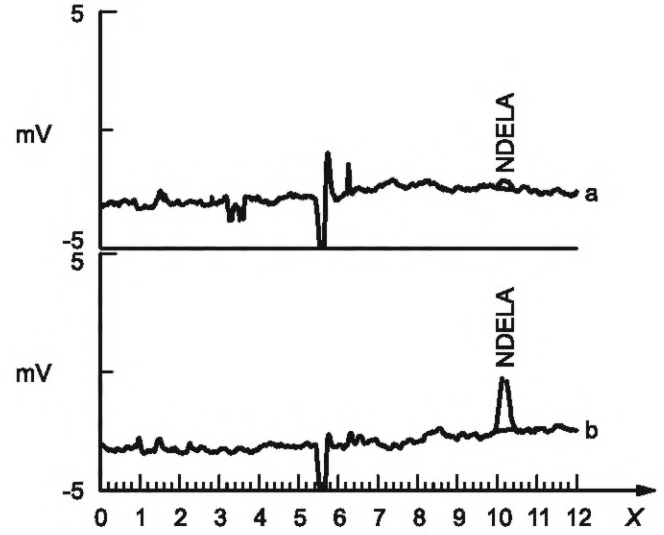
Рисунок А.1 — Калибровочная кривая, показывающая линейную зависимость площади пика NDELA от его концентрации в диапазоне от 1 нг/см^3 до 20 нг/см^3



Ось X — концентрация NDELA нг/см^3;

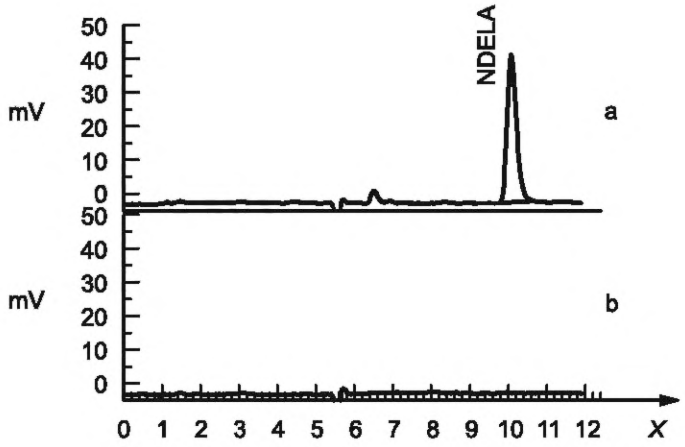
Ось Y — площадь пика NDELA

Рисунок А.2 — Калибровочная кривая, показывающая линейную зависимость площади пика NDELA от его концентрации в диапазоне от 1 нг/см^3 до 20 нг/см^3



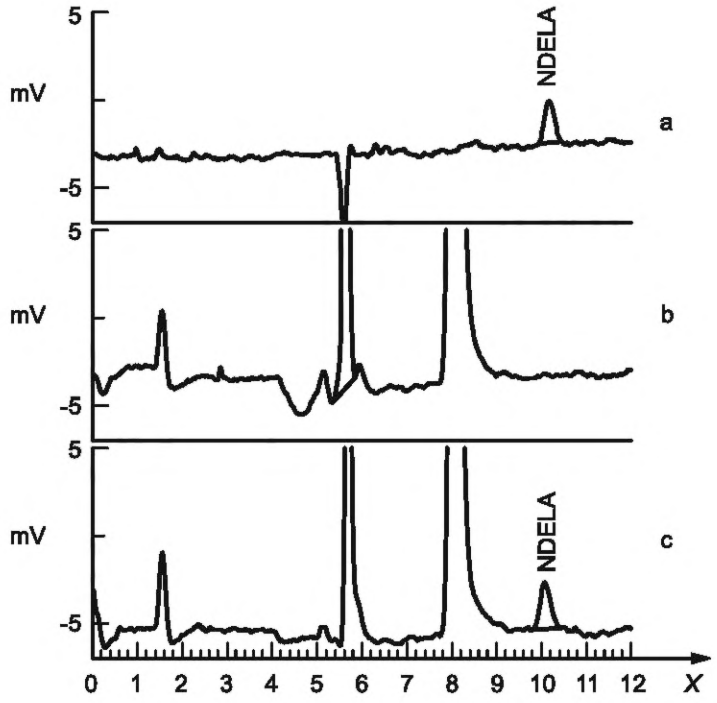
X — время анализа, мин;
a — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 1 нг/см^3;
b — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 5 нг/см^3

Рисунок А.3 — Примеры хроматограмм стандартных растворов NDELA с концентрацией 1 нг/см^3 и 5 нг/см^3



X — время анализа, мин;
a — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 100 нг/см^3;
b — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 100 нг/см^3, не прошедшего стадию фотолиза

Рисунок А.4 — Примеры хроматограмм стандартного раствора NDELA с концентрацией 100 нг/см^3



X — коэффициент детерминации, R^2, мин;

a — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 5 нг/см^3;

b — хроматограмма косметической продукции (концентрация 2 г/20 см^3);

c — хроматограмма косметической продукции, в которую введен NDELA в концентрации 50 нг/см^3 (концентрация — 2 г/20 см^3)

Рисунок А.5 — Примеры трех типичных хроматограмм

Приложение В
(справочное)

Фотолиз и реакция нитрита с реактивом Грисса, с образованием азокрасителя

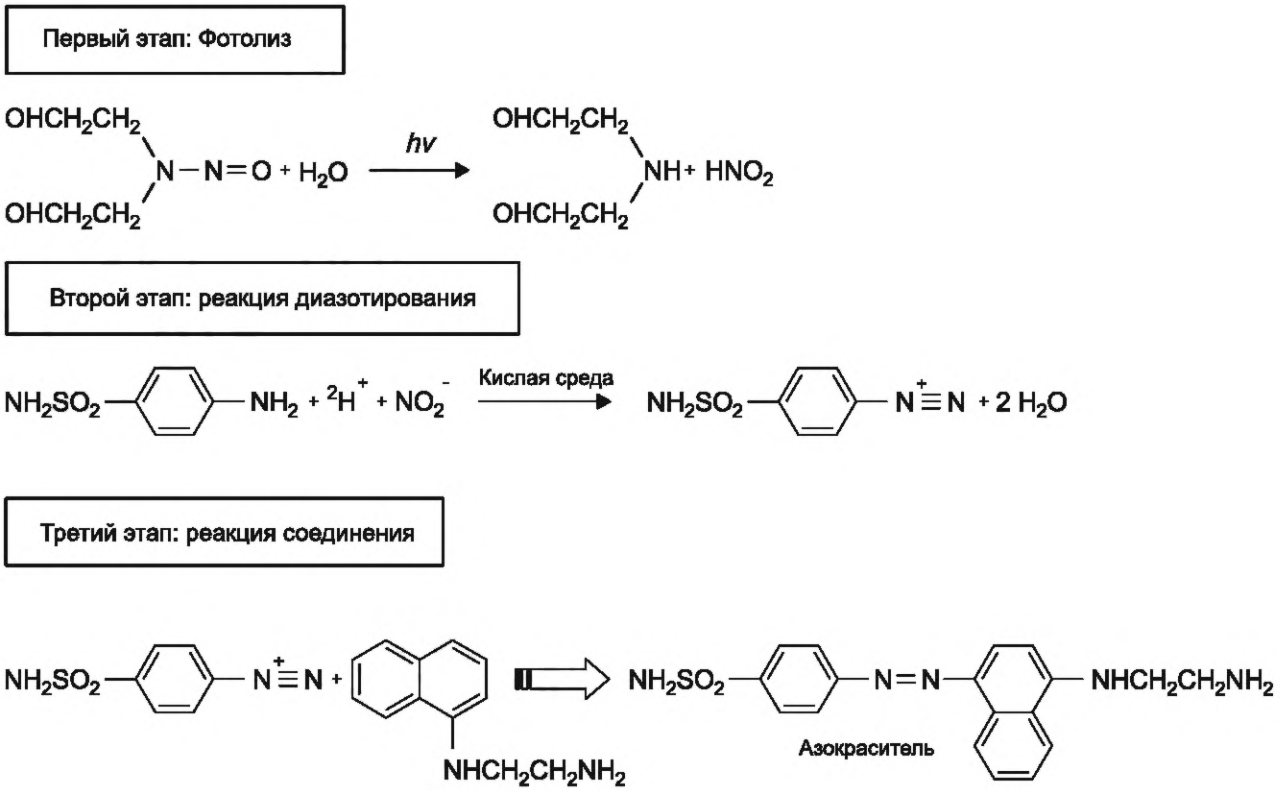
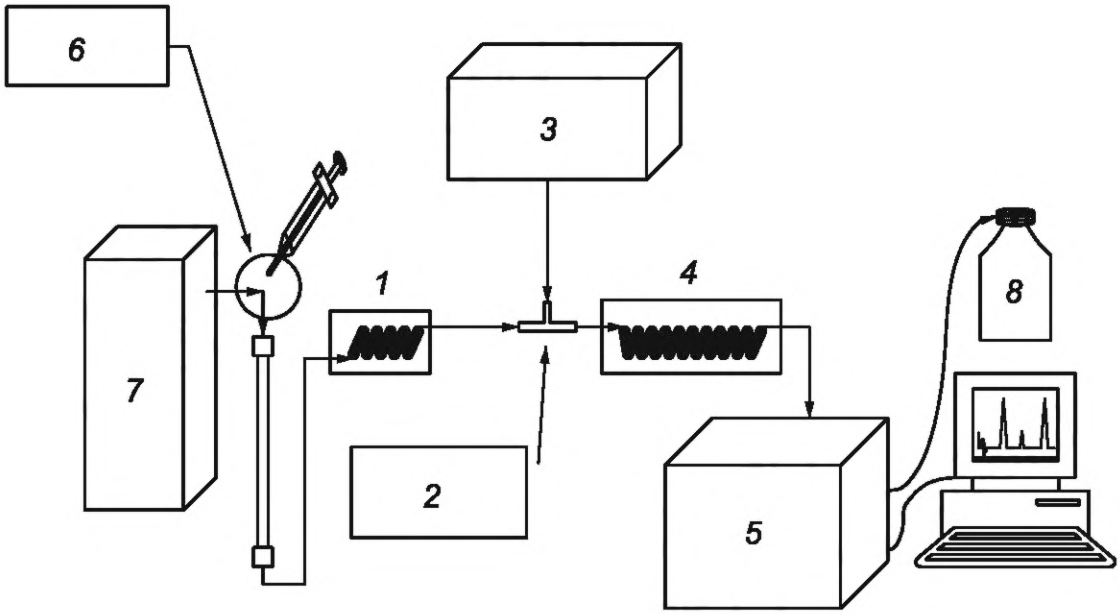


Рисунок В.1 — Фотолиз и химическая реакция

Приложение С
(справочное)

Конфигурация хроматографической системы с пост-колоночным редактором



1 — фотохимический реактор: 254 нм (см. 4.10);
2 — смесительный тройник с малым мертвым объемом (см. 4.4);
3 — насос подачи реактива Грисса (см. 4.9);
4 — реакционный модуль или термостат при 50 °С (см. 4.11);
5 — детектор (вольфрамовая лампа): 540 нм (см. 4.8);
6 — клапан отбора пробы;
7 — насос (HPLC);
8 — отходы

Рисунок С.1 — Конфигурация системы хроматографии и пост-колоночного модуля для определения NDELA в косметической продукции

Библиография

[1] ISO 15819 Cosmetics — Analytical methods — Nitrosamines: Detection and determination of N-nitrosodiethanolamine (NDELA) in cosmetics by HPLC-MS-MS
(Косметические средства. Аналитические методы. Нитрозамины: Обнаружение и определение N-нитрозодиэтаноламина (NDELA) в косметике методом HPLC-MS-MS)

[2] A method for the determination of N-Nitrosodiethanolamine in personal care products: Collaboratively evaluated be the CTPA Nitrosamines Working Group, International Journal of Cosmetic Science, 28, 2006. pp. 21—33
(Метод определения N-нитрозодиэтаноламина в средствах личной гигиены: Совместная разработка Рабочей группы CTPA по нитрозаминам)

[3] ENGELHARDT, H., NEUE, U. D. Reaction detector with three dimensional coiled open tubes in HPLC. *Chromatographia*, 1982, **15**, pp. 403—408
(Реакционный детектор с открытыми трубками с трехмерной спиральной структурой в ВЭЖХ)

УДК 665.58.014:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: парфюмерно-косметическая продукция, N-нитрозамины, N-нитрозодиэтаноламин, хроматография, масс-спектроскопия

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 09.01.2024. Подписано в печать 19.01.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,48.

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.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru