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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16343— 2016

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Определение содержания 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC) методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии

(EN 16343:2013, Cosmetics — Analysis of cosmetic products — Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) in cosmetic preparations, LC-MS methods, 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)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования (протокол от 27 июля 2016 г. № 89-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
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2024 г. № 423-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16343—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 16343:2013 «Косметика. Анализ косметической продукции. Определение 3-йод-2-пропинил бутилкарбамата (IPBC) в косметических средствах, методы жидкостной хроматографии с массовой спектрометрией» («Cosmetics — Analysis of cosmetic products — Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) in cosmetic preparations, LC-MS methods», IDT).

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

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»

© 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Сущность метода 1
3 Реактивы 1
4 Оборудование 2
5 Проведение испытаний 2
5.1 Подготовка пробы 2
5.2 Условия жидкостной хроматографии 3
5.3 Обнаружение 3
6 Обработка результатов 3
6.1 Качественное и количественное определение 3
6.2 Вычисления 4
7 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания 5
Библиография 6

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

Определение содержания 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC) методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии

Products cosmetic. Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) content by LC-MS methods

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC), используемого в косметической продукции в качестве консерванта, при его содержании в диапазоне от 0,005 до 0,1 г/100 г.

2 Сущность метода

IPBC экстрагируют из косметической продукции, используя метанол. IPBC, присутствующий в экстракте пробы, отделяют методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с масс-селективным детектированием (LC-MS) или жидкостной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией (LC-MS/MS). Количественное определение IPBC осуществляют методом калибровки с использованием внешнего стандарта или методом стандартных добавок.

3 Реактивы

3.1 Общие требования

Если не указано иное, используют только реактивы аналитической или более высокой степени чистоты; используемая вода должна быть дистиллированной или соответствующей ей по чистоте. «Раствором» следует считать водный раствор, если не указано иное.

3.2 Йодопропинилбутилкарбамат, номер CAS: 55406-53-6 (поставщик: Sigma-Aldrich[1)] (521949), Dr. Ehrenstorfer GmbH[1)] (C 14335000)).

3.3 Метанол для ВЭЖХ, номер CAS: 67-56-1.

3.4 Муравьиная кислота, номер CAS: 64-18-6.

3.5 Тетрагидрофуран (THF), номер CAS: 109-99-9.

3.6 Пропан-2-ол, номер CAS: 67-63-0.

3.7 Подвижные фазы (элюенты)

3.7.1 Элюент А: 1 см^3 муравьиной кислоты (3.4) смешивают с 1000 см^3 воды.

3.7.2 Элюент В: метанол (3.3).

[1)] Пример пригодной продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данной продукции со стороны CEN. Аналогичная продукция может использоваться, если подтверждено, что она обеспечивает получение таких же результатов.

Издание официальное

3.8 Основной раствор IPBC концентрацией c = 1 мг/см^3.

Взвешивают приблизительно 0,05 г IPBC (3.2) в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Вначале разбавляют небольшим количеством метанола (3.3), затем добавляют метанол до метки. Срок хранения раствора в холодильной камере 8 нед.

3.9 Калибровочные растворы (стандартные растворы)

Аликвотную часть основного раствора объемом 5,0 см^3 (3.8) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и добавляют метанол (3.3) до метки (c = 0,1 или 100 мкг/см^3). Из полученного раствора путем разбавления приготавливают 5 или более растворов с концентрацией IPBC от c = 0,05 мкг/см^3 до c = 1,0 мкг/см^3. Срок хранения растворов в холодильной камере 8 нед. Примеры разбавлений приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Калибровочные растворы

Номер	Калибровочный раствор	Разбавление	Концентрация, мкг/см^3
3.9	Аликвотная часть основного раствора объемом 5,0 см^3 по 3.8 разбавляют до 50 см^3	1:10	100
3.10	10 см^3 раствора по 3.9 разбавляют до 100 см^3	1:100	10
3.11	10 см^3 раствора по 3.10 разбавляют до 100 см^3	1:1000	1
3.12	4 см^3 раствора по 3.10 разбавляют до 50 см^3	1:1250	0,8
3.13	5 см^3 раствора по 3.10 разбавляют до 100 см^3	1:1200	0,5
3.14	10 см^3 раствора по 3.11 разбавляют до 50 см^3	1:5000	0,2
3.15	5 см^3 раствора по 3.11 разбавляют до 50 см^3	1:10 000	0,1

4 Оборудование

4.1 Стандартное лабораторное оборудование

4.2 Мембранный фильтр в виде одноразового шприцевого фильтра с размером отверстий 0,2 мкм[1)].

4.3 Высокоэффективный жидкостный хроматограф, пригодный для градиентного элюирования, с масс-детектором.

4.4 Аналитическая разделительная колонка, имеющая следующие параметры: фаза RP 18, 5 мкм, 150 мм × 2 мм, Zorbax, Spherisorb, Phenomenex-Luna или аналогичные. Если используется предколонка, она должна иметь такие же аналитические характеристики, как и разделительная колонка.

5 Проведение испытаний

5.1 Подготовка пробы

Взвешивают 200 мг пробы с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 20 см^3 (или вместимостью 50 см^3). Добавляют 1,5 см^3 тетрагидрофурана (3.5) и встряхивают. Добавляют 10 см^3 метанола (3.3) и помещают колбу на 5 мин в ультразвуковую баню при комнатной температуре с целью растворения или суспендирования. Затем охлаждают до комнатной температуры и добавляют до метки метанол (3.3). Раствор пробы разбавляют метанолом (3.3) в соотношении 1:10, фильтруют через мембранный фильтр (4.2), а затем анализируют посредством LC-MS или LC-MS/MS.

Для плохо растворимых или суспендируемых матриц рекомендуется частично растворять пробу путем добавления 2 см^3 пропан-2-ола (3.6) взамен тетрагидрофурана (3.5) или перемешиванием ее с помощью магнитной мешалки в течение 30 мин перед обработкой в ультразвуковой бане.

[1)] Круговые испытания были проведены с использованием фильтра с размером отверстий 0,2 мкм.

5.2 Условия жидкостной хроматографии

При использовании хроматографа (4.3) и колонки (4.4) следующие условия являются наиболее подходящими (см. таблицу 2):

Таблица 2 — Градиентная программа

Время, мин	Доля элюента А, %	Доля элюента В, %
0	85	15
8	10	90
12	10	90
13	85	15
25	85	15

Колонка: фаза RP 18,5 мкм, 150 × 2 мм.
Объем впрыскиваемой пробы: 1—10 мкл.
Скорость потока: 0,2 $см^3$/мин.
Температура колоночного термостата: 25 °С.

5.3 Обнаружение

5.3.1 Общие требования

Качественное и количественное определение может быть выполнено путем оценки следовых количеств IPBC или фрагментарных ионов. Чтобы избежать заниженных результатов из-за образования аддукта в режиме мониторинга множественных реакций (MRM) метода ионизации электрораспылением (ESI), ионизацию следует проводить химическим методом при атмосферном давлении (APCI).

5.3.2 MS-детектирование в режиме мониторинга селективных ионов (SIM)

Следовые количества: m/z 282 $[M + H]^+$ и m/z 304 $[M + Na]^+$.
Оценка основывается на полном ионном потоке (из суммы двух масс).

5.3.3 MS-детектирование в режиме мониторинга множественных реакций (MRM)

Положительно заряженный молекулярный ион: 282 $[M + H]^+$.
Фрагментарный ион 1: 57.
Фрагментарный ион 2: 165.
Оценка основывается на наиболее чувствительном фрагментарном ионе.

Поскольку анализируемое вещество может образовывать аддукты с ионами натрия, заниженные результаты можно получить, если большое количество ионов натрия присутствует в пробе. Поэтому при использовании метода ионизации электрораспылением (ESI) для получения достоверных результатов количественного определения необходимо введение стандартной добавки в режиме мониторинга множественных реакций (MRM). При введении стандартной добавки содержание добавленного IPBC не должно превышать предполагаемое содержание его в пробе.

6 Обработка результатов

6.1 Качественное и количественное определение

IPBC определяют путем сравнения времени удерживания пробы с временем удерживания калибровочных растворов.

Количественное определение анализируемого вещества осуществляют на основании калибровочной кривой или с помощью метода стандартной добавки. Калибровочные растворы хроматографируют в условиях, указанных в 5.2. Концентрацию IPBC рассчитывают посредством линейной регрессии на основании полученных площадей пиков.

6.2 Вычисления

Содержание консерванта (IPBC) w, г/100 г, в пробе вычисляют по формуле

$$w = \frac{c \cdot V \cdot 100 \cdot F}{m \cdot 1000 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где w — содержание IPBC, г/100 г;

c — концентрация IPBC в растворе пробы, определенная по калибровочной кривой, мкг/см^3;

m — исходная масса пробы, г;

V — объем испытуемого раствора пробы, см^3;

F — коэффициент разбавления (в случае разбавления).

Результат выражается в граммах на 100 г с округлением до третьего десятичного знака.

7 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) сведения, необходимые для идентификации пробы (вид, состав и наименование пробы);

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) наименование лаборатории, проводившей испытание;

d) дату и метод отбора пробы (если это известно);

e) дату поступления пробы и выдачи результатов испытания;

f) дату проведения испытания;

g) результаты испытания и единицы измерений, в которых они выражены;

h) обоснование отклонений от метода данного стандарта;

i) операции, не указанные в методе или рассматриваемые как дополнительные, которые могли бы повлиять на результаты.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Метод настоящего стандарта разработан рабочей группой «Косметика» Немецкой федеральной организации по защите потребителей и безопасности пищевой продукции (BVL) с целью реализации требований раздела 64 Кодекса по пищевым продуктам и кормам (LFGB). Он был протестирован при проведении межлабораторных испытаний, в которых приняли участие 13 лабораторий.

Следующие статистические данные, представленные в таблице А.1, были определены для крема и геля для душа при проведении межлабораторных испытаний с участием 13 лабораторий, применивших метод внешнего стандарта для количественного анализа.

Таблица А.1 — Статистические данные межлабораторных испытаний

Параметры	Метод LC-MS. Содержание IPBC, г/100 г	
	Гель для душа	Крем
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	13	13
Количество выбросов	3	2
Количество лабораторий после исключения выбросов	10	11
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	0,013	0,019
Повторяемость r, г/100 г	0,003	0,003
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,001	0,001
Воспроизводимость R, г/100 г	0,006	0,005
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,002	0,002
Выход, %	101,4	103,7

Библиография

[1] Frauen M., Steinhart H., Rapp C., Hintze U. (2001): Rapid quantification of iodopropynyl butylcarbamate as the preservative in cosmetic formulations using high-performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry. J Pharm Biomed Anal. 25 (5—6): 965—70

(Экспресс-метод количественного определения йодопропинила бутилкарбамата в качестве консерванта в косметических препаратах с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией)

УДК 665.57/.58:543.544.5(083.74) МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: продукция косметическая, определение содержания 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC) методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.04.2024. Подписано в печать 11.04.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

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