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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 23821— 2025

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Аналитические методы. Определение следовых количеств ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара после разложения под давлением

(ISO 23821:2022, Cosmetics — Analytical methods — Determination of traces of mercury in cosmetics by atomic absoption spectrometry (AAS) cold vapour technology after pressure digestion, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

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

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 29 августа 2025 г. № 188-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	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2025 г. № 1826-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 23821—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2026 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 23821:2022 «Косметика. Аналитические методы. Определение следов ртути в косметике методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) с использованием технологии холодного пара после разложения под давлением» («Cosmetics — Analytical methods — Determination of traces of mercury in cosmetics by atomic absoption spectrometry (AAS) cold vapour technology after pressure digestion», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов.

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного стандарта соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

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, 2022
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026



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 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Инструменты и оборудование 3
7 Проведение испытаний 4
8 Оценивание результатов измерений 6
9 Протокол испытаний 7
10 Использование других реактивов для стабилизации раствора пробы 7
11 Краткосрочная стабилизация раствором перманганата калия в процессе измерений 8
Приложение А (справочное) Рабочие характеристики метода, определяемые на основе статистического подхода, описанного в ISO 5725 9
Приложение В (справочное) Результаты проведения совместных межлабораторных сличительных испытаний для ISO 23674 [4] и настоящего стандарта 11
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту 14
Библиография 15

Введение

Разработка настоящего стандарта велась параллельно с разработкой ISO 23674. Данное обстоятельство учитывалось при организации межлабораторных сличительных испытаний специально изготовленных образцов парфюмерно-косметической продукции, обладающих заданными характеристиками, с применением методов испытаний, описанных в обоих стандартах, целью которых было подтверждение способности как одного, так и другого метода обеспечивать выполнение идентичных требований (см. приложение В). Валидация метода, предлагаемого в настоящем стандарте, осуществлялась в соответствии с требованиями ISO 5725-2 [7] путем проведения межлабораторных сличений, для которых были использованы образцы губной помады, лосьона для тела, зубной пасты и теней для век с концентрацией ртути в диапазоне значений от 0,110 до 5,84 мг/кг. Соответствующие статистические данные по итогам этих межлабораторных сличений приведены в таблице А.1.

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 ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Аналитические методы. Определение следовых количеств ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара после разложения под давлением

Perfume and cosmetic products.
Analytical methods.
Determination of traces of mercury by atomic absoption spectrometry cold vapour technology after pressure digestion

Дата введения — 2026—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения следовых количеств ртути в парфюмерно-косметической продукции методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) холодного пара с предварительным разложением под давлением.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте термины и определения отсутствуют.

ISO и IEC поддерживают терминологическую базу данных, используемую в целях стандартизации, по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO: gost.e-ecolog.ru ;
- Электропедия IEC: gost.e-ecolog.ru .

4 Сущность метода

На первом этапе пробу готовой парфюмерно-косметической продукции подвергают разложению под действием неорганических кислот в закрытом сосуде при высоких температуре и давлении. Разложение под давлением осуществляют при температуре 200 °С путем нагрева микроволновым излучением.

После разложения парфюмерно-косметической продукции концентрацию ртути определяют количественно методом ААС холодного пара.

В процессе минерализации с учетом характера и состава парфюмерно-косметической продукции обычно отсутствует возможность растворить всю пробу без остатка. В целях получения сравнимых результатов необходимо строго соблюдать условия, которые установлены для предлагаемого метода.

Издание официальное

Анализируемый раствор помещают в реакционный сосуд блока анализа ртути. Из этого сосуда ртуть переносится в кювету атомно-абсорбционного спектрометра с помощью потока газа-носителя после восстановления оловом (II) или борогидридом натрия. Концентрацию ртути в кювете определяют по оптической плотности излучения линии ртути на длине волны 253,7 нм. Использование золотой/платиновой сетки (так называемая процедура амальгамирования) для концентрирования поступающей в кювету ртути перед выполнением измерений позволяет добиться более низких значений предела количественного определения (ПКО).

5 Реактивы

Используемые вода и реактивы не должны содержать примесей ртути в количествах, способных оказывать влияние на результаты анализа. Если не указано иное, в процессе исследований должны использоваться химические вещества, чистые для анализа, а под растворами понимаются водные растворы. Используют воду первой степени чистоты в соответствии с ISO 3696 (удельная электрическая проводимость менее 0,1 мкСм/см при 25 °С).

5.1 **Соляная кислота,** минимальная массовая доля w = 30 %, плотность = 1,15 г/мл, пригодная для выполнения элементного анализа.

5.2 **Азотная кислота,** минимальная массовая доля w = 65 %, плотность = 1,4 г/мл, пригодная для выполнения элементного анализа.

5.3 **Азотная кислота разбавленная,** приготавливается путем смешивания азотной кислоты (см. 5.2) с чистой водой (см. 5.1) в пропорции приблизительно 1:9 соответственно.

5.4 **Восстанавливающие агенты,** например олова (II) хлорид или натрия борогидрид.

Попеременное использование двух различных восстанавливающих агентов (см. 5.4.1 и 5.4.2) не рекомендуется. В этом вопросе необходимо руководствоваться информацией, полученной от изготовителя оборудования.

Значения массовой концентрации восстанавливающего агента могут варьироваться в зависимости от используемой аналитической системы. Должны соблюдаться соответствующие указания изготовителя оборудования.

5.4.1 **Олова (II) хлорида раствор,** например, с массовой концентрацией ρ = 100 г/л.

Взвешивают 50 г олова (II) хлорида ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$), переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют приблизительно в 100 мл соляной кислоты (см. 5.1), после чего доводят раствор до метки водой. Свежий раствор приготавливают непосредственно перед использованием.

5.4.2 **Натрия борогидрида раствор**, например, с массовой концентрацией ρ = 30 г/л.

Растворяют 3 г натрия борогидрида и 1 г натрия гидроксида в гранулах в воде и доливают водой до 100 мл. Свежий раствор приготавливают каждый день и фильтруют перед использованием.

Предупреждение — Обращение с натрием борогидридом требует соблюдения соответствующих мер безопасности. При взаимодействии натрия борогидрида с водой и в особенности при его реакции с кислотами выделяется водород, что может привести к образованию взрывоопасной воздушно-водородной смеси. В связи с этим в зоне выполнения измерений обязательно должна находиться установленная/подлежащая установке стационарная система вытяжной вентиляции.

5.5 Стабилизация

Стандартные и градуировочные растворы, а также растворы проб для минерализации стабилизируют, добавляя к ним соляную кислоту (см. 5.1). Рекомендуется поддерживать массовую долю соляной кислоты в растворе на уровне, приблизительно соответствующем ω = 1 %. Использование других стабилизирующих агентов (см. раздел 10) также является допустимым.

5.6 **Исходный раствор ртути,** массовая концентрация ртути ρ(Hg) = 1 000 мг/л.

Такой исходный раствор доступен в продаже. Рекомендуется использовать только сертифицированные исходные растворы.

5.7 Градуировочные растворы ртути

Разбавляют исходный раствор до значений концентрации, необходимых для градуировки, и добавляют к нему требуемое количество стабилизирующего агента (см. 5.5). При выборе значений концентрации следят за тем, чтобы они не выходили за пределы линейного диапазона градуировочной

функции. Рекомендуется использовать по меньшей мере три (3) градуировочных раствора с различными значениями концентрации.

Значение концентрации кислоты в градуировочных растворах должно соответствовать концентрации кислоты в анализируемом растворе. Градуировочные растворы ртути имеют сравнительно небольшой срок хранения даже при высоких значениях концентрации, поэтому свежие растворы необходимо приготавливать каждый день.

5.8 Холостая проба

В состав холостой пробы должны входить вода, стабилизирующий агент в той же концентрации, что и в градуировочных растворах ртути (см. 5.7), а также азотная кислота (см. 5.2) и соляная кислота (см. 5.1), соответствующие концентрации кислот в анализируемом растворе.

6 Инструменты и оборудование

Для определения содержания ртути все инструменты и оборудование, которые непосредственно контактируют с используемыми растворами, предварительно должны подвергаться тщательной обработке, чтобы свести к минимуму риск загрязнения проб. Рекомендуется производить очистку в несколько этапов следующим образом: ополаскивание питьевой водой, обработка моющим средством, повторное ополаскивание питьевой водой и замачивание в разбавленной азотной кислоте (см. 5.3) на ночь или на более длительный период. Перед использованием еще раз ополаскивают оборудование сверхчистой водой и высушивают. Еще один способ эффективной очистки лабораторной посуды, изготовленной из химически инертных материалов (например, из кварцевого стекла), который на регулярной основе применяется при исследованиях следовых количеств химических элементов, — это обработка парами азотной кислоты (см. 5.2). Для предотвращения загрязнения и адсорбции при выполнении анализа должны использоваться только лабораторные принадлежности из боросиликатного или кварцевого стекла.

6.1 Сосуды для разложения

Для выполнения анализа следует использовать имеющиеся в продаже испытанные на безопасность сосуды высокого давления и вставки, изготовленные из кислотостойких незагрязняющих материалов. Сосуды в сборе должны выдерживать температуры до 200 °С или более и давление не менее 40 бар. Размер выбранных сосудов не регламентируется и зависит от особенностей используемой микроволновой печи.

Для разложения проб парфюмерно-косметической продукции, в которых предполагается высокий уровень содержания химических элементов, подлежащих определению, рекомендуется предусмотреть наличие отдельного комплекта лабораторных сосудов. Чтобы избежать загрязнения, после разложения проб с высоким содержанием определяемых элементов проводят холостое разложение для очистки сосуда с соблюдением всех условий, описанных в методе настоящего стандарта, и лишь затем приступают к разложению следующих проб.

6.2 Оборудование для микроволнового разложения

Системы микроволнового нагрева должны быть оснащены средствами измерения температуры, которые одновременно регулируют мощность микроволн.

Достоверные результаты измерений температуры могут быть получены, например, при помощи датчиков температуры, установленных внутри используемого сосуда высокого давления. Для разложения проб используют только микроволновое оборудование, оснащенное датчиками температуры, и выполняют калибровку этих датчиков перед использованием.

6.3 **Мембранный фильтр,** размер пор 0,45 мкм.

Мембранный фильтр должен быть инертным по отношению к концентрации кислоты в измеряемом растворе, необходимой для выполнения анализа, а также не должен загрязнять анализируемые растворы либо адсорбировать из них определяемые вещества. Имеющиеся в продаже фильтры могут изготавливаться из различных материалов (например, из ПТФЭ, ПП), а их пригодность для выполнения анализа должна определяться по результатам соответствующих измерений (например, с использованием холостых проб, проб для контроля качества (КК)).

Атомно-абсорбционный спектрометр, позволяющий применять коррекцию фона и включающий принадлежности для технологии холодного пара и амальгамирования (при необходимости).

Системы впрыска потока могут использоваться в качестве альтернативы ручным процессам.

6.4 Источник излучения с длиной волны, соответствующей линии ртути

Измерения выполняются на длине волны 253,7 нм.

7 Проведение испытаний

7.1 Общие требования

Предупреждение — При применении настоящего стандарта могут использоваться опасные материалы, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за выполнение и установление мер по обеспечению техники безопасности и охраны здоровья, а также за определение ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

На всех стадиях процесса необходимо обеспечивать отсутствие потерь определяемого вещества и минимально возможный уровень загрязнения.

7.2 Подготовка проб

Перед разложением пробы должна быть проведена ее соответствующая подготовка (например, гомогенизация, смешивание, измельчение [13]). После завершения гомогенизации все устройства подвергают тщательной очистке во избежание загрязнения последующих проб. На данном этапе важно добиться превращения исходной пробы в однородный материал, пригодный для последующего взвешивания.

7.3 Разложение под давлением

7.3.1 Общие требования

Предупреждение 1 — В зависимости от степени реакционной способности пробы может потребоваться отбирать навески в меньшем количестве, чем указано в 7.3.2, для предотвращения чрезмерно бурного протекания реакции или взрыва. Необходимо иметь в виду, что процесс разложения проб с высоким содержанием углерода (например, состоящих из углеводов, жиров, масел, восков) может заканчиваться взрывом. В свою очередь, смешивание спиртов или растворителей с концентрированной азотной кислотой может вызывать сильно выраженную реакцию даже при комнатной температуре. В этой связи перед добавлением кислоты (см. 7.3.3) настоятельно рекомендуется осторожно выпаривать из пробы все летучие составляющие.

Предупреждение 2 — Наличие частей пробы, не покрытых слоем кислоты, может стать причиной перегрева отдельных участков сосуда для разложения, а значит, привести к расплавлению этих участков и последующему разрушению сосуда. Перед разложением необходимо убедиться, что проба полностью покрыта смесью кислот.

Температуру и давление внутри сосуда необходимо контролировать для надлежащего протекания процесса разложения. Во избежание разброса значений температуры и давления между несколькими сосудами в одну и ту же партию проб для микроволнового разложения следует включать только близкие по составу пробы.

7.3.2 Подготовка пробы путем разложения. Общие указания

Аккуратно взвешивают около 200 мг пробы в сосуде для разложения.

Добавляют 1 мл воды и тщательно перемешивают при помощи встряхивающего/перемешивающего устройства до тех пор, пока проба полностью не суспензируется в воде.

Добавляют в сосуд 5 мл азотной кислоты (см. 5.2) и снова перемешивают. Проба должна быть полностью покрыта раствором. Дают смеси отстояться в закрытом сосуде для обеспечения протекания предварительной реакции. В зависимости от реакционной способности пробы продолжительность предварительной реакции может варьироваться от 30 мин до суток.

Затем добавляют 1 мл соляной кислоты (см. 5.1) и быстро перемешивают. После добавления соляной кислоты сосуд для работы под давлением должен быть немедленно закрыт и герметизирован, чтобы выделяющийся газообразный хлор не улетучивался и использовался в реакции.

7.3.3 Подготовка пробы путем разложения. Специальные указания

При анализе парфюмерно-косметической продукции с высоким содержанием воды, такой как лосьон, молочко, очищающая продукция или мицеллярная вода, масса пробы может достигать 400 мг. В этом случае добавление воды перед добавлением кислот не требуется (см. 7.3.2).

Во всех других случаях масса пробы может при необходимости корректироваться, однако соотношение между массой пробы и используемыми объемами кислот (см. 7.3.2) должно оставаться неизменным.

При подготовке пробы продукции с высоким содержанием летучих веществ в целях безопасности настоятельно рекомендуется полностью удалять из нее летучие составляющие, осторожно нагревая (например, на водяной бане при температуре 60 °С), после взвешивания ее в сосуде для разложения, но перед добавлением кислоты. Удаление из пробы летучих компонентов контролируют по завершении этого процесса по изменению массы пробы. В данной связи особенно важно, чтобы подобная обработка не приводила к потерям определяемых химических элементов.

С учетом возможной недостаточной гомогенности проб использовать навески массой менее 100 мг не рекомендуется.

7.3.4 Процедура микроволнового разложения

Предупреждение 1 — На всех стадиях процесса разложения необходимо строго соблюдать меры предосторожности, предусмотренные изготовителями оборудования.

7.3.4.1 Программа термической обработки проб может включать в себя, например, три этапа:

a) повышение температуры от комнатной до 200 °С, например, за 30 мин;

b) поддержание температуры на уровне 200 °С в течение 30 мин;

c) охлаждение до температуры 50 °С перед извлечением сосудов из микроволновой печи.

Поддержание температуры на уровне 200 °С в течение 30 мин является обязательным для получения сопоставимых результатов, поскольку полное разложение может быть достигнуто не для всех видов проб.

Предупреждение 2 — В зависимости от реакционной способности пробы может потребоваться нагревание с меньшей скоростью во избежание чрезмерно бурного или взрывного протекания реакции.

7.3.4.2 Для проб с высокой реакционной способностью эффективной является программа термической обработки с более медленным повышением температуры, включающая 7 этапов:

a) повышение температуры от комнатной до 160 °С за 25 мин;

b) поддержание температуры на уровне 160 °С в течение 15 мин;

c) повышение температуры от 160 °С до 180 °С за 10 мин;

d) поддержание температуры на уровне 180 °С в течение 10 мин;

e) повышение температуры от 180 °С до 200 °С за 35 мин;

f) поддержание температуры на уровне 200 °С в течение 30 мин;

g) охлаждение до температуры 50 °С перед извлечением сосудов из микроволновой печи.

Примечание — Информация выше дана в качестве примера программ, которые могут применяться для проб с высокой реакционной способностью. Описанная выше альтернативная программа разложения не была включена в валидационные исследования. Пользователь должен подтвердить соответствие рабочих характеристик в случае ее использования.

7.3.5 Приготовление растворов для измерений

Раствор, полученный после разложения под давлением, охлаждают, разбавляют водой до заданного объема, например 20 мл, и используют для выполнения измерений. При необходимости могут быть предусмотрены дополнительные этапы разбавления с использованием холостой пробы (см. 5.8).

Убедитесь, что полученный таким образом анализируемый раствор содержит те же концентрации кислоты, что и градуировочные растворы, приготовленные в соответствии с 5.7.

В случае образования осадка его удаляют путем декантации или фильтрования конечного раствора через мембранный фильтр (см. 6.3).

Стабильность ртути в растворе, полученном при разложении, зависит от вида и концентрации кислот, использованных для разложения, материалов, из которых изготовлен сосуд, используемый для хранения раствора, а также от концентрации ртути. С учетом данного обстоятельства раствор, полученный при разложении, рекомендуется стабилизировать путем добавления к нему, например, соляной кислоты (см. 5.1). Если при разложении в раствор уже было добавлено достаточное количество соляной кислоты, последующий этап стабилизации можно исключить.

7.4 Применение метода атомно-абсорбционной спектрометрии (метод ААС холодного пара)

7.4.1 Настройки спектрометра

При подготовке программы измерений в первую очередь обеспечивают регулировку прибора в соответствии с руководством по эксплуатации, предоставленным изготовителем. Затем оптимизируют его настройки, определяющие скорость потока газа и используемые количества олова (II) хлорида (см. 5.4.1) или натрия борогидрида (см. 5.4.2).

7.4.2 Пример определения по методу ААС холодного пара

Устанавливают показания прибора на ноль, используя холостую пробу, описанную в 5.8.

Для установления градуировочных функций используют подходящие градуировочные растворы. Если возможно, проводят калибровку прибора с помощью градуировочного раствора, концентрация которого близка к концентрации анализируемого образца. Контролируют линейный диапазон градуировочной функции с регулярной периодичностью. Концентрация кислот в градуировочных растворах должна соответствовать концентрации кислот в анализируемых растворах проб (см. 7.3.5).

После установления градуировочных функций раствор, полученный при разложении, может быть использован для выполнения измерений либо в исходном виде, либо после соответствующего разбавления, если его концентрация выходит за пределы линейного диапазона. При выполнении большой серии измерений рекомендуется контролировать правильность установки на ноль и градуировки с регулярной периодичностью.

Несмотря на то, что при проведении исследований по методу холодного пара лишь в редких случаях требуется применять коррекцию фона, необходимость такой коррекции должна проверяться для каждой имеющейся матрицы.

7.5 Контроль качества выполнения анализа

В целях контроля качества в каждой серии испытаний осуществляют разложение стандартных образцов или контрольных образцов с достоверно установленным содержанием ртути и выполняют их анализ. Кроме того, в каждой серии разложения приготавливают и анализируют холостые растворы, аналогичным образом выполняя для них все стадии, предусмотренные процедурой исследования. Для этой цели осуществляют разложение, как описано в 7.3, но без использования пробы, и приготавливают анализируемый раствор (см. 7.3.5). Холостое разложение служит для контроля загрязнений используемых сосудов, кислот или иного рода загрязнений.

8 Оценивание результатов измерений

8.1 Вычисления

Вычисляют концентрацию ртути w по формуле (1):

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

где w — концентрация ртути в пробе, мг/кг или мг/л;

a — концентрация ртути в анализируемом растворе пробы, мг/л;

V — объем раствора, полученного при разложении, после разбавления, мл;

F — коэффициент разбавления анализируемого раствора пробы;

m — масса навески для разложения, г, или объем пробы для разложения, мл.

Не рекомендуется вычитать значения ртути в холостой пробе из значения содержания ртути a в анализируемом растворе. Оператор должен контролировать потенциальный вклад содержания ртути в холостой пробе и в соответствии с установленными в лаборатории критериями проверять, возможно ли его вычитание из значения a и требуется ли повторный анализ.

8.2 Предел количественного определения

Предел количественного определения для анализируемого раствора зависит от следующих параметров:

- принципа выделения ртути (реакторная или проточная система);
- наличия или отсутствия этапа концентрирования (амальгамирования);

- для проточных систем:
  - непрерывного/прерывистого режима выделения Hg;
  - количества используемого раствора, полученного при разложении;
- конструктивной схемы прибора;
- влияния матрицы.

Предел количественного определения обычно находится в диапазоне значений от 0,05 до 5 мкг/л для анализируемого раствора. При массе навески 0,2 г и окончательном объеме раствора, полученного при разложении, 20 мл расчетный предел определения для парфюмерно-косметической продукции находится в диапазоне от 0,005 до 0,5 мг/кг.

8.3 Достоверность метода

Метод был валидирован в 2015 г. по итогам межлабораторных сличительных испытаний, которые проводились в соответствии с требованиями ISO 5725-2 [7] и в которых приняли участие 8 лабораторий. В общей сложности анализу были подвергнуты шесть образцов (губной помады, красок для татуажа, лосьона для тела, зубной пасты и теней для век) с различными уровнями содержания ртути в диапазоне от 0,110 до 5,84 мг/кг. Еще одни межлабораторные сличения были организованы в 2019—2020 гг., и для оценки их результатов применялся метод профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [6]). Общие результаты испытаний см. в приложении А и приложении В. Статистические данные по итогам вторых межлабораторных сличений см. в таблице В.1.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать данные согласно ISO/IEC 17025 [5], а также по меньшей мере следующую информацию:

a) все данные, необходимые для идентификации пробы (вид пробы, происхождение пробы, условное обозначение);

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) дату и время отбора пробы (если известны);

d) дату получения пробы;

e) дату проведения испытаний;

f) результаты испытаний и единицы, в которых они выражаются;

g) подробные описания любых явлений, наблюдаемых в ходе испытаний;

h) сведения о выполнении любых операций, не предусмотренных методом либо рассматриваемых как необязательные, которые могли оказать влияние на полученные результаты.

10 Использование других реактивов для стабилизации раствора пробы

10.1 Стабилизация серной кислотой (2 %).

10.2 Стабилизация калия бромидом/калия броматом [3].

a) Калия бромат, раствор, концентрация субстрата c = 0,033 моль/л

Растворяют 1,39 г калия бромата в 250 мл воды. Перед приготовлением раствора потенциальные примеси ртути могут быть удалены высушиванием реактива при помещении его на ночь в муфельную печь при температуре (250 ± 20) °C. Раствор сохраняет стабильность в течение приблизительно 1 мес.

b) Калия бромид, раствор, c = 0,2 моль/л.

Растворяют 5,95 г калия бромида в 250 мл воды. Перед приготовлением раствора потенциальные примеси ртути могут быть удалены высушиванием реактива при помещении его на ночь в муфельную печь при температуре (300 ± 20) °C. Раствор сохраняет стабильность в течение приблизительно 1 мес.

c) Смесь реактивов бромида калия и бромата калия (c = 0,1 н)

Растворы бромата калия (a) и бромида калия (b) смешивают в равных пропорциях. Для обработки 100 проб достаточно 200 мл такой смеси. Смесь растворенных реактивов сохраняет стабильность в течение срока от нескольких дней до нескольких недель. Тем не менее ее состояние необходимо контролировать. Раствор должен иметь бесцветную окраску. Для подготовки пробы к анализу также может быть использован готовый раствор смеси бромида калия и бромата калия, который продается в ампулах.

10.3 Стабилизация раствором калия дихромата, массовая концентрация ϱ = 5 г/л.

Растворяют 5 г калия дихромата в 500 мл разбавленной азотной кислоты (см. 5.3) и доливают водой до 1 л.

11 Краткосрочная стабилизация раствором перманганата калия в процессе измерений

Чтобы не допустить адсорбции ртути стенками мерных емкостей и повысить стабильность стандартного и анализируемого растворов при выполнении большой серии измерений, в емкости с анализируемым раствором можно добавлять по несколько капель раствора перманганата калия до получения устойчивой розовой окраски.

Перманганат калия, раствор, например, с концентрацией ϱ = 40 г/л.

0,4 г калия перманганата растворяют в воде и доводят объем раствора до 10 мл. Свежий раствор реактива приготавливают каждый день.

Приложение А
(справочное)

Рабочие характеристики метода, определяемые на основе статистического подхода, описанного в ISO 5725

Пригодность метода была подтверждена в 2015 г. путем проведения межлабораторных сличительных испытаний в соответствии с ISO 5725-2 [7]. В общей сложности исследованию подверглись шесть проб продукции (губной помады, красок для татуажа, лосьона для тела, зубной пасты и теней для век), содержащих различные содержания ртути. Две из этих шести проб были отобраны от одной и той же продукции (лосьона для тела), т. е. представляли собой двойные слепые пробы для контроля. Для каждой пробы определение содержания ртути осуществлялось в двух повторностях, в один и тот же день, в условиях повторяемости. Анализ проводился в течение 3—7 дн после разложения соответствующей пробы. Статистический анализ полученных данных выполнялся с применением статистических подходов согласно ISO 5725-2 [7]. Результаты анализа двух проб лосьона для тела (3 и 6) были, кроме того, подвергнуты статистическому анализу с применением специальных подходов согласно ISO 5725-3 [8], обеспечивающих организацию межлабораторных экспериментов с группировкой.

Статистическая оценка в соответствии с требованиями ISO 5725-2 [7] базируется на данных после исключения выбросов. В дополнение к общему среднему значению результатом подобной оценки являются стандартное отклонение воспроизводимости S_R и стандартное отклонение повторяемости s_r.

Стандартное отклонение воспроизводимости S_R характеризует суммарную изменчивость измеренных значений с учетом вариаций, которые можно наблюдать при сравнении результатов, полученных в различных лабораториях. Стандартное отклонение повторяемости s_r описывает изменчивость в пределах одной и той же лаборатории при постоянных условиях измерений (условиях повторяемости).

Значения стандартного отклонения воспроизводимости и повторяемости используются для вычисления предела воспроизводимости R и предела повторяемости r соответственно. Предел воспроизводимости R указывает значение максимального предполагаемого отклонения для двух результатов измерений одной и той же пробы, полученных в различных лабораториях. Если фактическое значение отклонения превышает максимальное значение, это дает основания полагать, что использовались две различные пробы либо что в ходе измерений были допущены ошибки. Предел повторяемости r указывает значение максимального предполагаемого отклонения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, а следовательно, в пределах одной и той же лаборатории и с небольшой разницей во времени.

Вычисление значения теоретического предполагаемого стандартного отклонения воспроизводимости часто выполняется с применением функции Хорвитца. Наряду с соответствующим значением HORRAT (Horwitz ratio — HORRAT), это значение широко используется в качестве общего критерия, позволяющего представить эффективность метода как функцию измеренного значения концентрации. В данном случае значение HORRAT, существенно большее (или меньшее) единицы, свидетельствует о том, что стандартное отклонение воспроизводимости, достигнутое при межлабораторных сличениях, существенно выше значения теоретически предполагаемого стандартного отклонения, так называемого стандартного отклонения Хорвитца. При проведении межлабораторных сличений значения HORRAT вплоть до 2 обычно интерпретируются как не вызывающие подозрений.

Комбинированная оценка результатов для проб лосьона для тела 3 и 6 выполнялась в соответствии с ISO 5725-3 [8]. Помимо значений стандартного отклонения повторяемости и воспроизводимости определялось также промежуточное значение стандартного отклонения s_I, характеризующее изменчивость измеренных значений для двух частей одной и той же пробы.

Поскольку для всех сочетаний «проба — элемент» относительное стандартное отклонение воспроизводимости и повторяемости находилось на уровне ниже 30 %, полученные результаты следует считать приемлемыми. Обоснованность данного подхода подтверждается также тем фактом, что значения HORRAT во всех случаях не превышают 2.

Сравнение результатов для двойных слепых проб лосьона для тела показало, что полученные значения стандартного отклонения воспроизводимости соответствуют фактическим уровням стандартного отклонения в условиях повторяемости.

Межлабораторные испытания проводились в рабочем диапазоне концентрации от 0,110 до 584 мг/кг. Как следует из совокупности полученных данных, метод является пригодным для анализа содержания ртути в различных матрицах парфюмерно-косметической продукции в пределах исследуемого диапазона концентрации.

Статистические характеристики по итогам проведения межлабораторных сличительных испытаний представлены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Статистические характеристики (на основе ISO 5725-2 [7]) для определения ртути в парфюмерно-косметической продукции методом ААС холодного пара

Параметр	Губная помада. Проба 1	Краска для татуажа. Проба 2	Зубная паста. Проба 4	Тени для век. Проба 5	Лосьон для тела — идентичный материал	
					Проба 3	Проба 6
Количество лабораторий-участников	8	8	8	8	8	8
Количество лабораторий, представивших количественные результаты	8	8	8	8	8	8
Количество выбросов (по числу лабораторий)	1	1	1	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	7	7	7	8	8	8
Среднее значение, мг/кг	0,259	0,110	0,166	5,84	1,42	1,40
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±0,036	±0,010	±0,010	±0,57	±0,18	±0,25
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,048	0,013	0,014	0,82	0,26	0,35
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, %	18,63	11,68	8,47	14,06	18,24	24,92
Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,135	0,036	0,039	2,30	0,73	0,98
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	52,16	32,71	23,71	39,37	51,07	69,79
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,010	0,003	0,005	0,22	0,05	0,04
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,rel}$, %	3,78	2,84	2,95	3,69	3,75	3,04
Предел повторяемости r, мг/кг	0,027	0,009	0,014	0,60	0,15	0,12
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	10,57	7,96	8,26	10,34	10,49	8,51
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	19,60	22,29	20,95	12,26	15,17	15,20
HORRAT	0,95	0,52	0,40	1,15	1,20	1,64

Приложение В
(справочное)

Результаты проведения совместных межлабораторных сличительных испытаний для ISO 23674 [4] и настоящего стандарта

Определение следовых количеств ртути в парфюмерно-косметической продукции может осуществляться как в соответствии с требованиями ISO 23674 [4], так и в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Чтобы убедиться в том, что, независимо от конкретного документа, выбранного операторами, применяемые методы обеспечивают выполнение идентичных требований, были организованы совместные межлабораторные сличения с использованием одинакового набора специально изготовленных образцов парфюмерно-косметической продукции.

Исследованию, проводившемуся в нескольких лабораториях с применением методов, описанных в настоящем документе либо в ISO 23674 [4], были подвергнуты 3 пробы (см. таблицу В.1) в трех повторностях каждая. Эти пробы представляли собой специально изготовленные губные помады с известным содержанием ртути, в качестве источника которой использовался только сертифицированный стандартный образец (ССО) в твердом состоянии.

Соответствующая основа для губной помады без каких-либо источников ртути была предварительно приготовлена и проверена с использованием метода, описанного в ISO 23674 [4]. Затем в полученную основу для губной помады, наряду с красителями, не содержащими ртути, были добавлены точно измеренные количества ССО в твердом состоянии. Все партии губной помады были гомогенизированы с целью обеспечить равномерное распределение в них ССО. Всего было изготовлено три партии губной помады с разным количеством добавленного ССО (соответствующим 3 различным уровням концентрации ртути) и с последующим контролем уровня содержания ртути в этих партиях. После этого каждая из 3 партий была разделена на аликвоты в несколько контейнеров, каждая аликвота контролировалась перед ее отправкой для анализа 17 лабораториям — участникам сличений.

Таблица В.1 — Пробы, разосланные во второй серии межлабораторных сличительных испытаний

Вид парфюмерно-косметической продукции	Содержание ртути, мг/кг
В.1 Проба губной помады 1	0,101
В.2 Проба губной помады 2	0,506
В.3 Проба губной помады 3	1,014

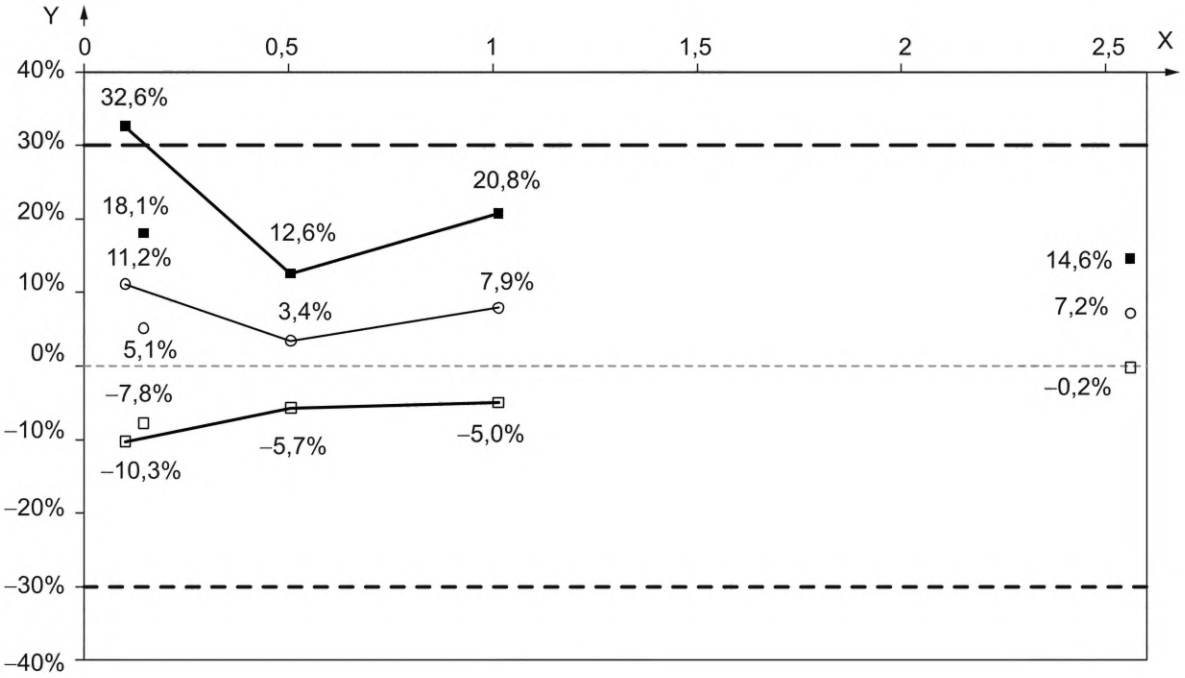
Девять лабораторий-участников применяли требования ISO 23674 [4], а из шести лабораторий-участников, которые применяли требования настоящего стандарта, пять лабораторий выполняли дополнительный шаг разбавления с коэффициентом от 2 до 20 (см. 7.3.5). Одна лаборатория при исследовании одних и тех же проб применяла оба аналитических метода.

Результаты, полученные для измеренного содержания ртути посредством методологии профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [6]), приведены на рисунках В.1 и В.2. Результаты свидетельствуют о том, что, несмотря на использование разных физико-химических принципов, оба применяемых метода обеспечивают выполнение требований к уровню рабочих характеристик в соответствии с их назначением.

Таким образом, устанавливаются следующие валидированные диапазоны измерений с границами приемочного интервала ±30 %:

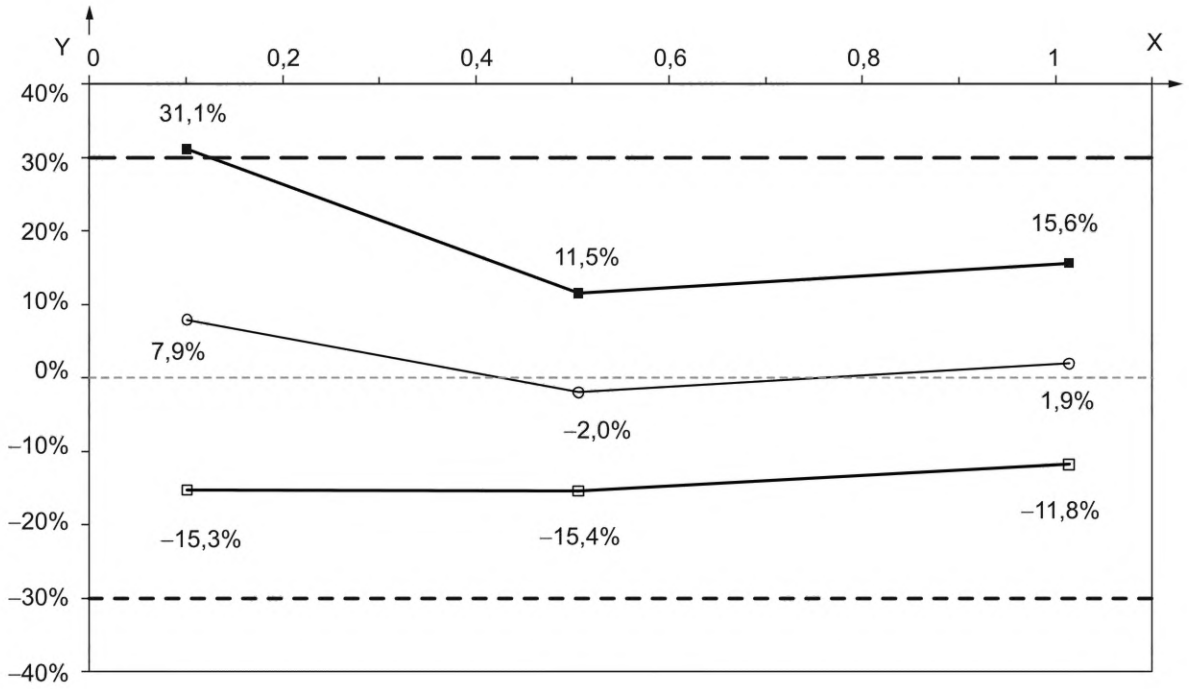
a) от 0,15 до 1 мг/кг при выполнении измерений по ISO 23674 [4].

b) от 0,12 до 1 мг/кг при выполнении измерений по настоящему стандарту.



X — концентрация ртути, мг/кг;
Y — точность, %;
— относительное значение верхней границы толерантного интервала;
— среднее значение относительного смещения;
— относительное значение нижней границы толерантного интервала;
— нулевой уровень;
— нижняя граница приемочного интервала;
— верхняя граница приемочного интервала;
■ — относительное значение верхней границы толерантного интервала (ССО);
○ — среднее значение относительного смещения (ССО);
□ — относительное значение нижней границы толерантного интервала (ССО)

Рисунок В.1 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации ртути согласно ISO 23674 [4] (интегрированная система) в диапазоне от 0,15 до 1 мг/кг



X — концентрация ртути, мг/кг;
Y — точность, %;
— относительное значение верхней границы толерантного интервала;
— среднее значение относительного смещения;
— относительное значение нижней границы толерантного интервала;
— нулевой уровень;
— нижняя граница приемочного интервала;
— верхняя граница приемочного интервала

Рисунок В.2 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации ртути согласно настоящему документу (ХП-ААС) в диапазоне от 0,12 до 1 мг/кг

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013* Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля (ISO 3696:1987)
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Библиография

[1] EN 13806 Foodstuffs — Determination of trace elements — Determination of mercury by cold- vapour atomic absorption spectrometry (CVAAS) after pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение содержания ртути с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара (CVAAS) после разложения под давлением)

[2] EN 14083[1)] Foodstuffs — Determination of trace elements — Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение содержания свинца, кадмия, хрома и молибдена методом атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (GFAAS) после разложения под давлением)

[3] ISO 12846[2)] Water quality — Determination of mercury — Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment (Качество воды. Определение ртути. Метод атомной абсорбционной спектрометрии (AAS) с обогащением и без обогащения)

[4] ISO 23674[3)] Cosmetics — Analytical methods — Direct determination of traces of mercury in cosmetics by thermal decomposition — Atomic absorption spectrometry (mercury analyzer) (Продукция парфюмерно-косметическая. Аналитические методы. Прямое определение следовых количеств ртути в парфюмерно-косметической продукции методом термического разложения и атомно-абсорбционной спектрометрии (с использованием анализатора ртути))

[5] ISO/IEC 17025[4)] General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий)

[6] ISO/TS 22176[5)] Cosmetics — Analytical methods — Development of a global approach for validation of quantitative analytical methods (Парфюмерия и косметика. Аналитические методы. Разработка глобального подхода к валидации количественных аналитических методов)

[7] ISO 5725-2[6)] Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

[8] ISO 5725-3[7)] Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений)

[9] Kingston H.M., Haswell S.J., Microwave-Enhanced Chemistry, American Chemical Scociety, Washington, 1997 (Химия с использованием микроволнового излучения)

[10] Bock R., Handbuch der analytisch-chemischen Aufschlussmethoden, Wiley-VCH Weinheim, 2001 (Руководство по методам пробообработки в аналитической химии)

[11] tz V.L., Pozebon D.2009, Graphite Furnace Atomic Absorption (GFAAS) Methodology for Trace Element determination in Eye Shadow and Lipstick. Atomic Spectroscopy, 30 (3), 82-91 (Применение метода атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (GFAAS) при определении следовых количеств элементов в тенях для век и губной помаде)

---

1) Принят ГОСТ EN 14083—2013.

2) Принят ГОСТ ISO 12846—2017.

3) Принят ГОСТ ISO 23674 (параллельная разработка).

4) Принят ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

5) Принят ГОСТ ISO/TS 22176—2023.

6) Принят ГОСТ ИСО 5725-2—2003.

7) Принят ГОСТ ИСО 5725-3—2003.

[12] Welz B., Sperling M., Atomabsorptionsspektrometrie, Verlag Wiley-VCH, Weinheim, 4. Auflage, 1997 (Атомно-абсорбционная спектрометрия)

[13] Schöberl K., Habernegg R., Prühs N., Viehweger L. Cosmetics and Tattos: Sample Preparation for the Determination of Elements Tips from the working grooup «Elements and Element Species» of the Chemical Society of Food, a specialist member group within the German Chemical society (gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru Poster-Dresden2019-english-Version-fin.pdf))(Подготовка проб парфюмерно-косметической продукции и красок для татуажа с целью определения их элементного состава)

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, следовые количества, содержание ртути, метод атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара, метод ААС холодного пара

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 14.01.2026. Подписано в печать 09.02.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

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