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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 23674— 2025

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Аналитические методы. Определение следовых количеств ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии с термическим разложением в анализаторе ртути

(ISO 23674:2022, Cosmetics — Analytical methods — Direct determination of traces of mercury in cosmetics by thermal decomposition and atomic absorption spectrometry (mercury analyser), 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. № 1825-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 23674—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2027 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 23674:2022 «Косметика. Аналитические методы. Прямое определение следов ртути в парфюмерно-косметической продукции методом термического разложения и атомно-абсорбционной спектрометрии (анализатор ртути)» [«Cosmetics — Analytical methods — Direct determination of traces of mercury in cosmetics by thermal decomposition and atomic absorption spectrometry (mercury analyser)», 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 2
5 Реактивы 2
6 Инструменты и оборудование 3
7 Градуировка 3
8 Проведение испытаний 5
9 Параметры оборудования 6
10 Контроль качества выполнения анализа 6
11 Вычисления 7
12 Рабочие характеристики метода 7
13 Отчет об испытаниях 7
Приложение А (справочное) Рабочие характеристики метода, определяемые на основе профилей точности 8
Приложение В (справочное) Результаты проведения совместных круговых сличительных испытаний для ISO 23674 и ISO 23821 13
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту 15
Библиография 16

Введение

Разработка настоящего стандарта велась параллельно с разработкой ISO 23821 [1]. 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).

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 с термическим разложением в анализаторе ртути

Perfume and cosmetic products. Analytical methods. Determination of trace amounts of mercury by thermal decomposition atomic absorption spectrometry in a mercury analyzer

Дата введения — 2027—01—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает аналитический метод определения следовых количеств ртути в готовой парфюмерно-косметической продукции посредством атомно-абсорбционной спектрометрии с термическим разложением образцов (с использованием анализатора ртути).

Цель настоящего стандарта — изложить порядок определения следовых количеств ртути, которые могут присутствовать в парфюмерно-косметической продукции и способны оказывать воздействие на ее потребителей в процессе использования. Представленный метод описывает определение следов ртути в парфюмерно-косметической продукции посредством анализа образцов продукции без необходимости предварительной минерализации. Общее количественное содержание ртути (в неорганической и органической форме) может быть определено как в твердых, так и в жидких образцах продукции.

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)[1)]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

ISO и IEC подерживают терминологические базы данных, используемые в целях стандартизации, по следующим ссылкам:

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

3.1 **диапазон валидации** (validation range): Интервал между верхним и нижним значениями концентраций веществ в пробах, используемый для оценки метода.

---

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

Издание официальное

3.2 **валидированный диапазон** (validated range): Диапазон концентраций между верхним и нижним значениями, в отношении которых было подтверждено соответствие рабочих характеристик метода установленным требованиям.

Примечание — Валидированный диапазон необходимо отличать от диапазона валидации (см. 3.1); он может быть меньше.

4 Сущность метода

Описываемый метод предусматривает использование интегрированных приборов, позволяющих выполнять определение следовых количеств ртути. Навески проб продукции, взятые для анализа, не требуют какой-либо дополнительной химической подготовки, поскольку они термически разлагаются в приборе (сжигание или озоление) в потоке кислорода при высокой температуре (от 650 °С до 900 °С). Газы, образующиеся при сгорании, проходят через каталитическую трубку, температура которой поддерживается на уровне приблизительно 615 °С. На данном этапе нежелательные примеси переходят в форму, в которой они уже не создают помехи для анализа и в последующем могут быть удалены при продувке. Полученные таким образом пары ртути подвергаются обогащению в установленном далее по потоку золотом амальгаматоре, а затем освобождаются из него в виде атомного пара, что обеспечивается быстрым повышением температуры амальгаматора до значений в интервале от 800 °С до 900 °С.

Атомный пар пропускается через систему с измерительными кюветами. Количественное определение выполняется за счет эффекта поглощения излучения на длине волны 253,7 нм. Широкий динамический диапазон может быть достигнут путем одновременного пропускания паров ртути через измерительные ячейки разной длины.

5 Реактивы

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.

5.1 **Вода** в соответствии с ISO 3696 (удельная электрическая проводимость менее 0,1 мкСм/см при 25 °С), первой степени чистоты.

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

5.3 **Соляная кислота разбавленная**, приготавливаемая путем смешивания соляной кислоты (см. 5.2) со сверхчистой водой (см. 5.1) в соотношении приблизительно 1:9 соответственно.

5.4 **Азотная кислота разбавленная,** приготавливаемая путем разбавления азотной кислоты с минимальной массовой долей w = 60 % и плотностью = 1,37 г/мл, пригодной для выполнения анализа методом ИСП-МС, чистой водой (см. 5.1) в соотношении приблизительно 1:9 соответственно.

Если разбавленную азотную кислоту [2] планируется использовать для разбавления исходных растворов определяемых веществ, к ней рекомендуется добавлять L-цистеин концентрацией 0,1 г/л [3].

5.5 **Исходный стандартный раствор определяемого вещества (ртути)**, 1000 мкг/мл (имеющийся в продаже).

5.6 **Исходный стандартный раствор определяемого вещества (ртути)**,10 мкг/мл (имеющийся в продаже или свежеприготовленный путем разбавления той же самой средой для разбавления, что и при приготовлении градуировочных растворов (см. 5.3 или 5.4), более концентрированного раствора, например концентрацией 1000 мкг/мл, как указано в 5.5).

Возможность использования для целей настоящего стандарта исходных стандартных растворов определяемого вещества согласно 5.5 или 5.6 зависит от возможности их приобретения на территории соответствующей страны. Чтобы не допустить возможных потерь ртути, в процессе обращения с исходными растворами необходимо соблюдать рекомендации поставщика растворов, связанные с обеспечением их стабильности (а именно относящиеся к сроку годности и условиям хранения растворов).

6 Инструменты и оборудование

Все инструменты и оборудование, непосредственно контактирующие с пробами или растворами, должны подвергаться предварительной очистке при помощи разбавленной соляной кислоты (см. 5.3) и ополаскиваться сверхчистой водой (см. 5.1) для обеспечения минимального фонового уровня определяемых веществ. Также допускается использование разбавленной азотной кислоты (см. 5.4). Для предотвращения загрязнения и адсорбции при выполнении анализа не должны использоваться лабораторные принадлежности из боросиликатного стекла. Перед выполнением анализа парфюмерно-косметической продукции в целях контроля эффективности процедуры очистки может быть предусмотрено выполнение дополнительного холостого опыта.

Для выполнения анализа используют элементный анализатор ртути, который должен быть оборудован блоком управления и укомплектован емкостями для проб, выполненными из подходящих материалов (например, из никеля, кварцевого стекла или керамики). Вместимость емкостей для проб обычно составляет приблизительно 500 мг для твердых материалов или 500, 1000 и 1500 мкл для жидких материалов. Анализаторы ртути оснащены лампой, специфичной для элемента ртути. Используется линия ртути 253,7 нм.

В продаже имеется широкий ассортимент подходящих для целей исследований приборов различных марок, часто обозначаемых общим рыночным названием «анализаторы ртути». Фирменные наименования приборов, которые использовались при проведении межлабораторных сличений с целью валидации метода, описанного в настоящем документе, перечислены в приложении А.

7 Градуировка

7.1 Общие требования

Целью данного этапа является построение градуировочной кривой, для чего в прибор вводят последовательно возрастающие количества ртути. Такая градуировочная кривая позволяет представить отклик прибора как функцию массы ртути (в нг). Необходимо использовать по меньшей мере 5 градуировочных образцов в диапазоне концентраций, предположительно включающем уровни содержания ртути в анализируемых пробах. Данные, получаемые при градуировке, характеризуются высокой стабильностью, таким образом, не обязательно выполнять градуировку перед каждой новой серией анализов при условии, что в процессе измерений соблюдаются требования по контролю качества (КК) (см. 10.2).

Предлагаемый метод элементного анализа специфичен по отношению к ртути, поэтому ни возможные примеси, ни особенности матрицы анализируемых проб не способны оказать существенное влияние на результаты измерений ее следовых количеств в этих пробах. Низкая чувствительность метода к характеру матрицы анализируемых проб позволяет использовать для выполнения градуировки либо градуировочные растворы (см. 7.2), приготавливаемые непосредственно в лаборатории, либо готовые стандартные образцы (см. 7.3) в твердом состоянии. В то же время правильность количественного определения может зависеть от уровня содержания в пробе влаги и органических компонентов. Не следует допускать расхождения по этим параметрам между используемыми градуировочными стандартными образцами (растворами) и анализируемыми пробами парфюмерно-косметической продукции. Для устранения расхождений в уровне содержания влаги подбирают оптимальное время сушки проб. Для устранения расхождений в количестве органических веществ подбирают оптимальные время и температуру сжигания. Для устранения расхождений, вызванных присутствием мешающих химических элементов, подбирают оптимальное время каталитического преобразования этих элементов, если они могут быть каталитически преобразованы в такую химическую форму, которая не создает помех в процессе обнаружения ртути.

7.2 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы следует приготавливать на основе разбавленной соляной кислоты (см. 5.3) либо разбавленной азотной кислоты, в которую добавляют L-цистеин (см. 5.4), чтобы стабилизировать состояние ртути. Для удобства выполнения работ в лаборатории приготовление градуировочных растворов возможно с использованием кислотных смесей, состав которых отличается от описанного, при условии, что оператор оборудования контролирует стабильность ртути в таких растворах. Свежие градуировочные растворы следует приготавливать каждый раз при необходимости выполнения

новой градуировки. Могут применяться два различных способа выполнения градуировки с использованием стандартных растворов:

- увеличение количества ртути в постоянном объеме раствора за счет увеличения используемой концентрации стандартного раствора (см. таблицу 1);
- увеличение количества ртути за счет увеличения используемого объема одного или нескольких стандартных растворов с известными значениями концентрации (см. таблицу 2).

Ниже даны примеры применения этих двух способов выполнения градуировки.

Таблица 1 — Пример приготовления градуировочных растворов с использованием постоянных объемов различных стандартных растворов

Градуировочный раствор	Объем раствора с концентрацией ртути 10 мкг/г, мл (см. 5.6)	Объем разбавляющего раствора, мл (см. 5.3 или 5.4)	Концентрация ртути в градуировочном растворе, мкг/г (ppm)	Масса ртути в лодочке, нг
Холостой градуировочный раствор	—	10	Холостой раствор	0
Градуировочный раствор 1	0,01	9,99	0,01	1
Градуировочный раствор 2	0,02	9,98	0,02	2
Градуировочный раствор 3	0,05	9,95	0,05	5
Градуировочный раствор 4	0,1	9,9	0,1	10
Градуировочный раствор 5	0,2	9,8	0,2	20
Градуировочный раствор 6	0,5	9,5	0,5	50
Градуировочный раствор 7	1	9	1	100
Градуировочный раствор 8	2	8	2	200
Градуировочный раствор 9	5	5	5	500

Таблица 2 — Пример приготовления градуировочных растворов с использованием варьирующихся объемов одного и того же стандартного раствора

Градуировочный раствор	Объем раствора с концентрацией ртути 10 мкг/г, мл (см. 5.6)	Объем разбавляющего раствора, мл (см. 5.3 или 5.4)	Концентрация ртути в градуировочном растворе, мкг/г (ppm)	Объем, загруженный в лодочку, мкл	Масса ртути в лодочке, нг
Холостой градуировочный раствор	—	10	Холостая проба	100	0
Градуировочный раствор 1	0,02	9,98	0,02	50	1
Градуировочный раствор 2	0,02	9,98	0,02	100	2
Градуировочный раствор 3	0,02	9,98	0,02	250	5
Градуировочный раствор 4	0,2	9,8	0,2	50	10
Градуировочный раствор 5	0,2	9,8	0,2	100	20
Градуировочный раствор 6	0,2	9,8	0,2	250	50
Градуировочный раствор 7	2	8	2	50	100
Градуировочный раствор 8	2	8	2	100	200
Градуировочный раствор 9	2	8	2	250	500

Чтобы не допустить возможной потери ртути, в процессе обращения со стандартными растворами необходимо соблюдать рекомендации поставщика растворов, связанные с обеспечением их стабильности (а именно относящиеся к сроку годности и условиям хранения растворов).

7.3 Твердые градуировочные стандартные образцы

Сертифицированные стандартные образцы (ССО) в твердом состоянии, для которых известны значения концентрации ртути, могут использоваться для градуировки измерительного прибора перед выполнением анализа проб (см. таблицу 3). Поскольку применяемый метод относительно малочувствителен к характеру матрицы пробы, это обеспечивает широкий выбор подходящих ССО различного происхождения, матрицей которых не обязательно должна быть именно парфюмерно-косметическая продукция (в том числе таких, как донные отложения, камни, шламы сточных вод и т. п.).

Для демонстрации сопоставимого поведения при выполнении анализа выбранные ССО должны обладать достаточной однородностью, чтобы для них можно было использовать размер проб, аналогичный размеру исследуемых проб.

Таблица 3 — Пример выполнения градуировки с использованием твердых ССО

Градуировочные стандартные образцы	Наименование твердого ССО	Массовая доля ртути в твердом образце, мкг/г (ppm)	Приблизительная масса твердого стандарта, загруженного в лодочку, мг	Приблизительная масса ртути в лодочке, нг
Холостой градуировочный образец	Холостая проба	0	0	0
Градуировочный образец 1 в твердом состоянии	SRM 2685c	0,149 4	13,3	2
Градуировочный образец 2 в твердом состоянии	SRM 2685c	0,149 4	33,5	5
Градуировочный образец 3 в твердом состоянии	SRM 2685c	0,149 4	66,9	10
Градуировочный образец 4 в твердом состоянии	SRM 2702	0,447 4	44,7	20
Градуировочный образец 5 в твердом состоянии	SRM 2702	0,447 4	111,8	50
Градуировочный образец 6 в твердом состоянии	ERM-EC680m	2,56	39,1	100
Градуировочный образец 7 в твердом состоянии	ERM-EC680m	2,56	78,1	200
Градуировочный образец 8 в твердом состоянии	ERM-EC680m	2,56	195,3	500

Чтобы не допустить возможных потерь ртути, в процессе обращения с сертифицированными стандартными образцами необходимо соблюдать рекомендации поставщика образцов, связанные с обеспечением их стабильности (срок годности и условия хранения образцов). Рекомендуется выбирать ССО с низкой неопределенностью сертифицированного значения содержания ртути.

8 Проведение испытаний

8.1 Общие требования

На всех этапах процесса необходимо обеспечивать отсутствие потерь ртути и минимально возможный уровень загрязнения.

8.2 Подготовка проб

8.2.1 Общие рекомендации

Гомогенизируют пробу с помощью соответствующего устройства, которое должно быть тщательно очищено во избежание ее загрязнения. Важно обеспечить однородность используемой навески пробы.

8.2.2 Подготовка пробы. Общие указания

В лодочки для сжигания отбирают навески пробы массой 0,100 г (от 0,050 до 0,200 г). Помещают все лодочки в карусель прибора.

Некоторые поставщики аналитического оборудования рекомендуют вводить в пробы добавки (например, активированный оксид алюминия, натрия карбонат), чтобы исключить их потенциальное рассеивание.

9 Параметры оборудования

Операторы должны соблюдать рекомендации, касающиеся выбора технических параметров, и указания по обслуживанию аналитического прибора, представленные поставщиком оборудования. Процедура анализа может быть разделена на четыре основных этапа: сушка, разложение, продувка и амальгамирование, параметрами которых можно управлять.

Оператор может осуществлять регулировку параметров прибора с целью получения максимально интенсивного и стабильного сигнала. Для регулировки параметров прибора рекомендуется использовать пробы, содержащие следовые количества ртути с известными значениями концентрации и обладающие физико-химическими свойствами, аналогичными свойствам пробы, анализ которой должен выполняться далее. Определенные параметры сушки и разложения, такие как время и температура, могут быть подобраны в соответствии с характером исследуемых проб при условии, что они попадают в диапазон условий эксперимента, валидированных лабораторией.

Поскольку параметры оборудования связаны между собой, для выполнения точного количественного определения ртути могут использоваться несколько различных сочетаний условий, в зависимости от конкретного прибора. Условия проведения эксперимента, представленные лабораториями, которые принимали участие в межлабораторных сличениях, признаны пригодными для определения следовых количеств ртути в парфюмерно-косметической продукции, а описание этих условий приведено в таблице А.5.

10 Контроль качества выполнения анализа

10.1 Общие требования

Степень извлечения и относительное стандартное отклонение (ОСО), упоминаемые далее в 10.2, являются критериями приемлемости результатов, получаемых конкретной лабораторией, и позволяют оценить качество выполняемых ею измерений. Уровень внутрилабораторной изменчивости результатов должен быть меньше уровня суммарной погрешности (см. раздел 12) метода (±30 %), установленной путем межлабораторных круговых сличений и детализированной в приложениях А и В.

10.2 Процедура контроля качества

10.2.1 Холостые пробы для анализа

Необходимо регулярно выполнять анализ холостых проб, контролируя тем самым отсутствие переноса загрязнений. Содержание ртути в холостых пробах следует обеспечивать на достаточно низком уровне, чтобы не допускать существенного в соответствии с установленными в лаборатории критериями изменения результатов измерений после вычитания из них значения холостой пробы. В качестве холостой пробы могут быть взяты образец пшеничной муки с содержанием ртути ниже предела обнаружения или даже незаполненная лодочка для сжигания. Анализ холостых проб также может выполняться сразу после анализа градуировочного стандартного образца с максимальной концентрацией или после анализа пробы, предположительно характеризующейся высоким содержанием ртути.

10.2.2 Пробы для контроля качества

Проба для контроля качества (КК) — это проба с известным значением содержания ртути, близким к значению ее содержания в исследуемой пробе Она предназначена для оценки эффективности аналитического метода в целом путем сравнения значения концентрации, полученного при ее анализе, с установленным для нее значением концентрации.

В качестве пробы для контроля качества может использоваться сертифицированный стандартный образец (ССО) либо иной продукт с хорошо изученными характеристиками.

Перед началом новой серии анализов градуировка прибора должна быть проверена путем исследования одной или нескольких проб для контроля качества (например, ССО). Градуировку следует

проводить заново, если в ходе измерения возникают расхождения, если проводилось обслуживание оборудования, если было изменено местоположение прибора или когда не соблюдаются критерии приемки контроля качества в лаборатории.

Анализ проб для контроля качества выполняют периодически в процессе выполнения серии измерений проб (например, через каждые 10 проб). Критерии приемлемости получаемых значений в отношении пробы для контроля качества определяются операторами оборудования [4] с учетом накопленного опыта и могут применяться лабораториями, проводящими исследования, благодаря контрольным картам [5]. Значение критерия приемлемости степени извлечения вещества, применяемое для целей контроля качества в пределах отдельно взятой лаборатории, обычно составляет ±20 %. Если полученное значение не укладывается в заданный диапазон, рекомендуется осуществить повторную градуировку прибора и повторный анализ проб, измеренных за период со времени получения последнего приемлемого значения для контроля качества. Если после выполнения этих действий соответствие критериям приемлемости для целей контроля качества по-прежнему не обеспечивается, рекомендуется провести обслуживание оборудования.

10.2.3 Повторности

Количественное содержание ртути в парфюмерно-косметической продукции определяют путем выполнения анализа по меньшей мере двух повторностей из расчета на каждую пробу, что позволяет оценить гомогенность проб и прецизионность метода. Если значение относительного стандартного отклонения результатов при сравнении результатов для двух повторностей превышает 20 %, анализ повторяют.

11 Вычисления

Вычисляют концентрацию ртути w в пробах парфюмерно-косметической продукции по формуле (1):

$$w = \frac{a}{m}, \tag{1}$$

где w — содержание ртути в пробе, мг/кг;

a — масса ртути в лодочке для сжигания, нг, определяемая на основе градуировочной кривой;

m — масса навески пробы в лодочке, мг.

12 Рабочие характеристики метода

Рабочие характеристики метода были определены на основе его профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [6]), позволяющих оценить общий уровень прецизионности и установить валидированный диапазон определения для количественного определения ртути. С учетом всех результатов, которые были получены в ходе межлабораторных сличений, организованных с целью валидации метода, в качестве приемочного предела было выбрано значение ±30 %. Все полученные профили точности приведены в приложениях А и В. Таким образом, процедуру анализа, описанную в настоящем стандарте, следует считать валидированной для измерения концентрации ртути в парфюмерно-косметической продукции в диапазоне значений от 0,15 до 2,5 мг/кг (ppm).

13 Отчет об испытаниях

Протокол испытаний должен включать данные согласно ISO/IEC 17025 [4], а также по меньшей мере следующую информацию:

a) все данные, необходимые для идентификации пробы (вид пробы, происхождение пробы, 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 величины, 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.

Приложение А
(справочное)

Рабочие характеристики метода, определяемые на основе профилей точности

А.1 Общие требования

Для оценки рабочих характеристик метода, установленного в настоящем стандарте, было организовано проведение двух независимых серий межлабораторных сличительных испытаний.

А.2 Схема проведения межлабораторных сличительных испытаний

В рамках первой серии сличительных испытаний, проводившихся при участии нескольких лабораторий по круговой схеме, исследованию были подвергнуты 4 пробы в трех повторностях каждая. Эти пробы представляли собой набор матриц парфюмерно-косметической продукции с известным последовательно возрастающим содержанием ртути, в качестве источника которой использовался только сертифицированный стандартный образец (образец морских отложений, ERM-CC580, (132 ± 3) мг (Hg)/кг (ppm)) в твердом состоянии. Соответствующие варианты основы для парфюмерно-косметической продукции, без каких-либо источников ртути, были предварительно подготовлены и проверены с применением метода, описанного в настоящем стандарте. Затем в полученную основу, наряду с красителями с уровнем содержания ртути, не поддающимся обнаружению, были добавлены точно измеренные количества сертифицированного стандартного образца (ССО) в твердом состоянии. Все партии парфюмерно-косметической продукции были тщательно гомогенизированы для обеспечения равномерного распределения в них ССО. Каждая из 4 партий (см. таблицу А.1) была разделена на аликвоты в несколько контейнеров, каждая аликвота перед ее отправкой для анализа 14 лабораториям — участникам сличений контролировалась с использованием интегрированных анализаторов ртути различной конструкции (см. раздел А.4). Стабильность/однородность проб проверялась за месяц до отправки проб лабораториям-участникам, в числе которых были представлены как лаборатории, осуществляющие официальный контроль, так и частные компании.

Таблица А.1 — Пробы, разосланные в первой серии межлабораторных сличительных испытаний

Вид парфюмерно-косметической продукции	Содержание ртути, мг/кг (ppm)
Крем для лица	0,50
База под макияж	1,00
Губная помада	1,51
Тушь для ресниц	2,50

В рамках второй серии сличительных испытаний, проводившихся при участии нескольких лабораторий по круговой схеме, исследованию были подвергнуты 3 пробы парфюмерно-косметической продукции 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 (образец речных отложений, ERM-CC020, (27,4 ± 0,6) мг (Hg)/кг (ppm)) в твердом состоянии.

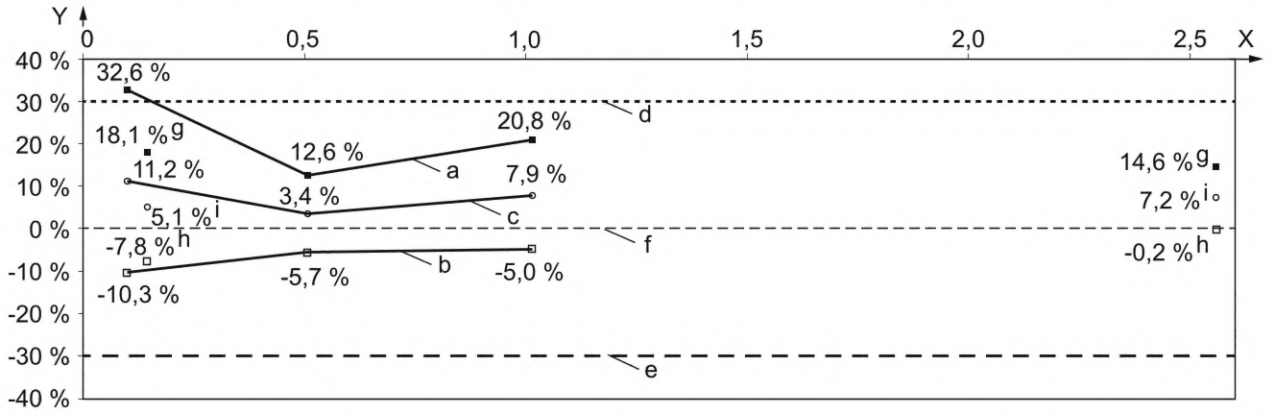
Соответствующая основа для губной помады, без каких-либо источников ртути, была предварительно приготовлена и проверена с использованием метода, описанного в настоящем стандарте. Затем в полученную основу для губной помады, наряду с красителями с уровнем содержания ртути, не поддающимся обнаружению, были добавлены точно измеренные количества ССО в твердом состоянии. Все партии губной помады были тщательно гомогенизированы для обеспечения равномерного распределения 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. Каждая из 3 партий губной помады была разделена на аликвоты в несколько контейнеров, каждая аликвота контролировалась перед ее отправкой для анализа 9 лабораториям — участникам сличительных испытаний.

Таблица А.2 — Пробы, разосланные во второй серии межлабораторных сличительных испытаний

Вид парфюмерно-косметической продукции	Содержание ртути, мг/кг (ppm)
Проба губной помады 1	0,10
Проба губной помады 2	0,51
Проба губной помады 3	1,01

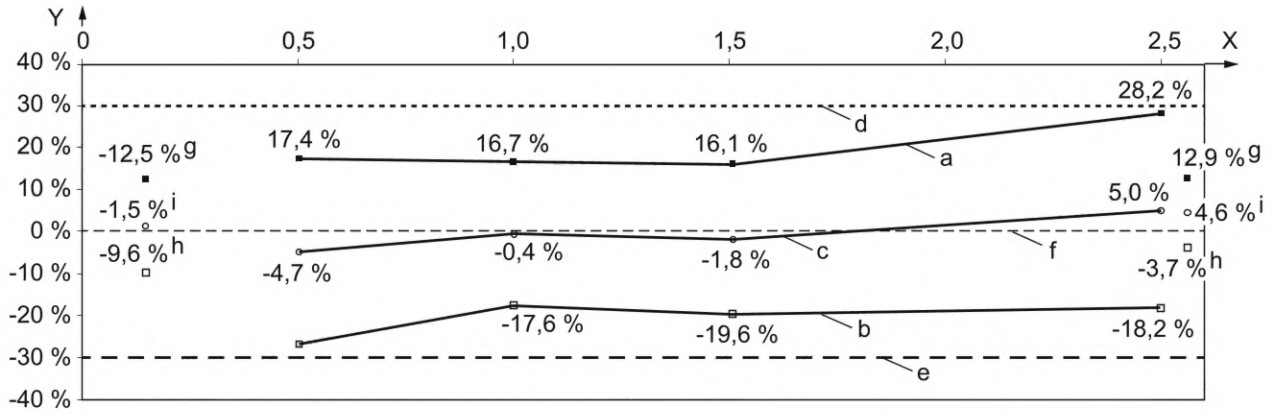
А.3 Результаты и статистические параметры по данным межлабораторных сличительных испытаний

Оценивание рабочих характеристик метода с помощью подхода, основанного на использовании профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [6]), осуществлялось исходя из данных, представленных лабораториями-участниками по итогам исследования проб по программе круговых сличительных испытаний. На рисунках ниже показаны дополняющие друг друга профили точности, полученные при проведении первой (см. рисунок А.1) и второй (см. рисунок А.2) серий круговых межлабораторных сличительных испытаний. Они позволяют оценить характеристики аналитического метода, описанного в настоящем стандарте, для диапазонов значений от 0,15 до 1 мг/кг (ppm) (вторая серия круговых сличительных испытаний, см. рисунок А.1) и от 0,5 до 2,5 мг/кг (ppm) (первая серия круговых сличительных испытаний, см. рисунок А.2) с границами приемочного интервала ±30 %.



X — концентрация ртути, мг/кг; Y — точность, %; a — относительное значение верхней границы толерантного интервала; b — относительное значение нижней границы толерантного интервала; c — среднее значение относительного смещения; d — верхняя граница приемочного интервала; e — нижняя граница приемочного интервала; f — нулевой уровень; g — относительное значение верхней границы толерантного интервала (CCO); h — относительное значение нижней границы толерантного интервала (CCO); i — среднее значение относительного смещения (CCO)

Рисунок А.1 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации ртути согласно настоящему стандарту в диапазоне от 0,15 до 1 мг/кг (ppm)



X — концентрация ртути, мг/кг; Y — точность, %; a — относительное значение верхней границы толерантного интервала; b — относительное значение нижней границы толерантного интервала; c — среднее значение относительного смещения; d — верхняя граница приемочного интервала; e — нижняя граница приемочного интервала; f — нулевой уровень; g — относительное значение верхней границы толерантного интервала (CCO); h — относительное значение нижней границы толерантного интервала (CCO); i — среднее значение относительного смещения (CCO)

Рисунок А.2 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации ртути согласно настоящему стандарту в диапазоне от 0,5 до 2,5 мг/кг (ppm)

Для целей информации, помимо оценки рабочих характеристик метода на основе профилей точности, также была подготовлена статистическая оценка имеющихся данных в соответствии с требованиями ISO 5725-2 [7].

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 либо использовались две различные пробы, либо 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 определенной концентрации. В данном случае значение HORRAT, существенно большее (или меньшее) единицы, свидетельствует о том, что стандартное отклонение воспроизводимости, достигнутое при межлабораторных сличениях, существенно выше (или ниже) 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.

Таблица А.3 — Статистические данные (на основе ISO 5725-2 [7]) по прямому определению содержания ртути в парфюмерно-косметической продукции с использованием анализатора ртути (первая серия круговых сличительных испытаний)

Параметр	Крем для лица. Уровень 2	Основа для макияжа. Уровень 3	Губная помада. Уровень 4	Тушь для ресниц. Уровень 5
Количество лабораторий-участников	14	14	14	14
Количество лабораторий, представивших количественные результаты	14	14	14	14
Количество выбросов (по числу лабораторий)	0	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	14	14	14	14
Среднее значение, мг/кг	0,48	1,00	1,48	2,62
Доверительный интервал, ±, мг/кг	0,04	0,06	0,10	0,22
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,08	0,13	0,20	0,42
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, %	17 %	13 %	13 %	16 %
Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,23	0,36	0,55	1,17
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	48 %	36 %	37 %	45 %
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,05	0,09	0,11	0,22
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,rel}$, %	11 %	9 %	8 %	8 %
Предел повторяемости r, мг/кг	0,15	0,26	0,31	0,60
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	32 %	26 %	21 %	23 %
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	18 %	16 %	15 %	14 %
HORRAT	0,96	0,80	0,89	1,17

Таблица А.4 — Статистические данные (на основе ISO 5725-2 [7]) по прямому определению содержания ртути в парфюмерно-косметической продукции с использованием анализатора ртути (вторая серия круговых сличительных испытаний)

Параметр	Губная помада. Уровень 1	Губная помада. Уровень 2	Губная помада. Уровень 3
Количество лабораторий-участников	10	10	10
Количество лабораторий, представивших количественные результаты	9	9	9
Количество выбросов (по числу лабораторий)	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	9	9	9
Среднее значение, мг/кг	0,11	0,52	1,09
Доверительный интервал, ±, мг/кг	0,01	0,02	0,07
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,02	0,03	0,09
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, %	14 %	6 %	8 %
Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,04	0,09	0,25
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	39 %	18 %	23 %
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,01	0,03	0,03
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,rel}$, %	12 %	5 %	3 %
Предел повторяемости r, мг/кг	0,04	0,07	0,09
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	33 %	13 %	9 %
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	22 %	18 %	16 %
HORRAT	0,64	0,36	0,52

А.4 Анализаторы ртути, использованные при проведении межлабораторных сличительных испытаний

Лабораториями — участниками 2 круговых межлабораторных сличений были использованы следующее оборудование и параметры (см. таблицу А.4):

- DMA 80 (Milestone)
- AMA 254 (Altec)
- MA3000 (Nippon Instrument Corporation, NIC).

Таблица А.5 — Примерные рабочие условия для анализаторов ртути, использованных лабораториями-участниками

		Условия 1	Условия 2	Условия 3	Условия 4	Условия 5
Оборудование	Наименование	DMA 80	AMA 254	DMA 80	DMA 80	AMA 254
	Поставщик	Milestone	Altec	Milestone	Milestone	LECO
Этап сушки	Время, с	60	60	30	60	140
	Температура, °С	150	120	200	200	100
Этап разложения	Время, с	270	150	300	240	150
	Температура, °С	От 150 °С до 800 °С за 2,5 мин, затем 2 мин при 800 °С	600 °С	2 мин при 250 °С, от 250 °С до 650 °С за 1,5 мин, затем 1,5 мин при 650 °С	1 мин при 200 °С, от 200 °С до 650 °С за 2 мин, затем 1 мин при 650 °С	700 °С

Продолжение таблицы А.5

		Условия 1	Условия 2	Условия 3	Условия 4	Условия 5
Этап продувки	Время, с	60	45	60	60	45
Этап амальгамирования	Время, с	12	45	12	12	57
	Температура, °С	900	900	850—950	850	850—950

Окончание таблицы А.5

		Условия 6	Условия 7	Условия 8	Условия 9	Условия 10
Оборудование	Наименование	MA 3000	DMA 80	DMA 80	DMA 80	DMA 80
	Поставщик	NIC	Milestone	Milestone	Milestone	Milestone
Этап сушки	Время, с	60	70	60	60	60
	Температура, °С	150	200	150	250	150
Этап разложения	Время, с	720	180	270	720	270
	Температура, °С	10 мин при 250 °С, затем 2 мин при 850 °С	От 200 °С до 650 °С за 1,5 мин, затем 1,5 мин при 650 °С	От 150 до 750 °С за 2,5 мин, затем 2 мин при 750 °С	650 °С	От 150 до 800 °С за 2,5 мин, затем 2 мин при 800 °С
Этап продувки	Время, с	[a]	60	60	[a]	60
Этап амальгамирования	Время, с	[a]	12	12	12	12
	Температура, °С	850—950	850—950	850	850—950	900

[a] Значение параметра по умолчанию, указанное изготовителем.
Значение температуры каталитической трубки обычно устанавливается на уровне приблизительно 615 °С.

Приложение В
(справочное)

Результаты проведения совместных круговых сличительных испытаний для ISO 23674 и ISO 23821

Определение следовых количеств ртути в парфюмерно-косметической продукции может осуществляться как в соответствии с требованиями настоящего стандарта, так и в соответствии с требованиями ISO 23821 [1].

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

Исследованию, проводившемуся в нескольких лабораториях с применением методов, описанных в настоящем стандарте либо в ISO 23821 [1], 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 настоящем стандарте. 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 тщательно 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. Каждая из 3 партий губной помады 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
Проба губной помады 1	0,101
Проба губной помады 2	0,506
Проба губной помады 3	1,014

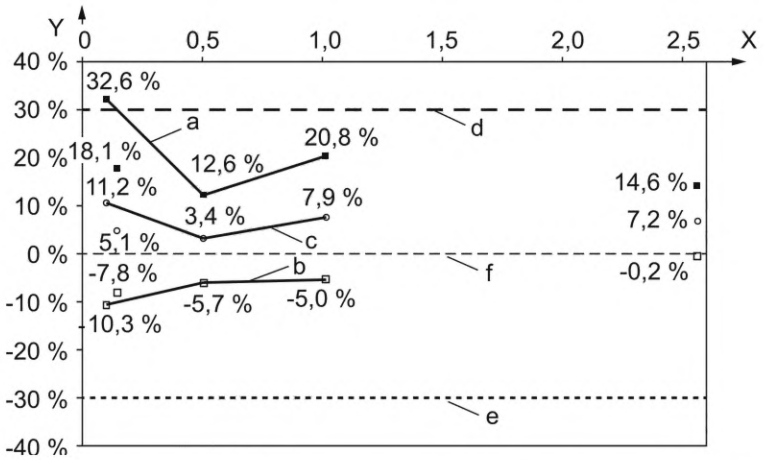
Девять лабораторий-участников применяли требования настоящего стандарта, а из шести лабораторий-участников, которые применяли требования ISO 23821 [1], пять лабораторий выполняли дополнительный шаг разбавления с коэффициентом от 2 до 20. Одна лаборатория при исследовании одних и тех же проб применяла оба аналитических метода.

Сравнение результатов измерений содержания ртути на основе профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [6]) приведено 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 %:

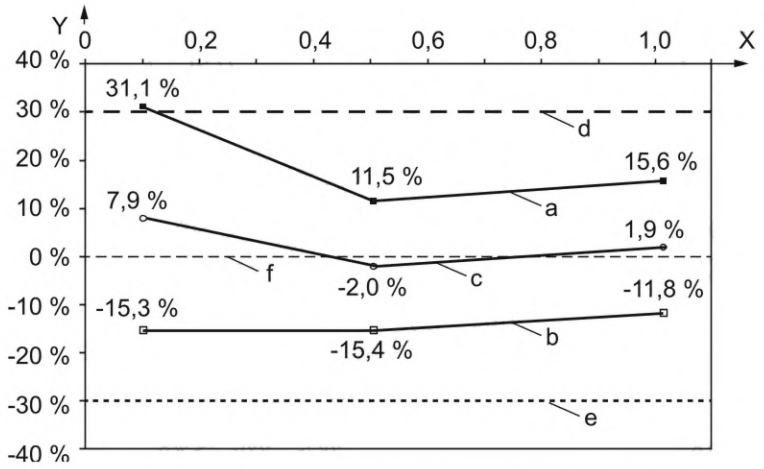
a) от 0,15 до 1 мг/кг (ppm) при выполнении измерений в соответствии с требованиями настоящего стандарта;

b) от 0,12 до 1 мг/кг (ppm) при выполнении измерений в соответствии с требованиями ISO 23821 [1].



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

Рисунок B.1 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации ртути согласно настоящему стандарту (анализаторы ртути) в диапазоне от 0,15 до 1 мг/кг (ppm)



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

Рисунок B.2 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации ртути согласно настоящему стандарту (анализаторы ртути) в диапазоне от 0,12 до 1 мг/кг (ppm)

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] ISO 23821[1)], Cosmetics — Analytical methods — Determination of traces of mercury in cosmetics by atomic absorption spectrometry (AAS) cold vapour technology after pressure digestion (Продукция парфюмерно-косметическая. Аналитические методы. Определение следовых количеств ртути в парфюмерно-косметической продукции методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) холодного пара после разложения под давлением)

[2] Method EPA, 7473, February 2007, Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation and atomic absorption spectrophotometry (Определение ртути в твердых материалах и растворах путем теплового разложения, амальгамирования и атомно-абсорбционной спектрометрии)

[3] JRC report on Determination of methylmercury in seafood by direct mercury analysis: Standard operating procedure, February 2013 (Отчет JRC по определению метилртути в морепродуктах методом прямого анализа ртути. Стандартная рабочая процедура)

[4] ISO/IEC 17025[2)], General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий)

[5] ISO 7870[3)] (все части), Control charts (Контрольные карты)

[6] ISO/TS 22176:2020[4)], 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[5)], 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)

[1)] Принят ГОСТ ISO 23821 (параллельная разработка).

[2)] Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

[3)] Действуют ГОСТ ISO 7870-3—2023 и ГОСТ ISO 7870-5—2023.

[4)] Принят ГОСТ ISO/TS 22176—2023.

[5)] Принят ГОСТ ИСО 5725-2—2003.

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, следовые количества, содержание ртути, метод термического разложения, атомно-абсорбционная спектрометрия

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.01.2026. Подписано в печать 13.02.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,24.

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