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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 21392—
2023**

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Аналитические методы. Определение следовых количеств тяжелых металлов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

**(ISO 21392:2021,
Cosmetics — Analytical methods — Measurement of traces of heavy metals in cosmetic finished products using ICP/MS technique, 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 25 сентября 2023 г. № 165-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
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. № 1823-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 21392—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2027 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту 21392:2021 «Косметика. Аналитические методы. Измерения следовых количеств тяжелых металлов в готовой парфюмерно-косметической продукции методом ИСП-МС» («Cosmetics — Analytical methods — Measurement of traces of heavy metals in cosmetic finished products using ICP/MS technique», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

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, 2021
© 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 2
7 Приготовление стандартных растворов 4
8 Проведение испытаний 6
9 Вычисления 13
10 Рабочие характеристики метода 13
11 Протокол испытаний 14
Приложение А (справочное) Рабочие характеристики метода, определяемые на основе профилей точности 15
Приложение В (справочное) Оценивание метода с применением статистического подхода согласно ISO 5725 22
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту 30
Библиография 31

Введение

Настоящий стандарт устанавливает аналитический метод определения следовых количеств тяжелых металлов (таких, как хром, кобальт, никель, мышьяк, кадмий, сурьма и свинец) в готовой парфюмерно-косметической продукции посредством масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) после разложения пробы под давлением. Подобный аналитический метод ранее был подробно описан для некоторых других областей применения, в частности: для целей экологического мониторинга [9], [10], [11], для контроля безопасности пищевой продукции [9], [10], [11], а также для нужд фармацевтической промышленности [12], [13], [14], [15]. Следует иметь в виду, что данный метод обеспечивает максимальную эффективность обнаружения следовых количеств веществ в парфюмерно-косметической продукции, но при этом не предусматривает каких-либо процедур для непосредственной оценки системного воздействия обнаруживаемых веществ на потребителя этой продукции.

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 тяжелых металлов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Cosmetics.
Analytical methods.
Determination of trace amounts of heavy metals by the method of inductively coupled plasma mass spectrometry

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения следовых количеств тяжелых металлов в парфюмерно-косметической продукции.

Метод настоящего стандарта распространяется на определение только таких металлов, как хром, кобальт, никель, мышьяк, кадмий, сурьма и свинец. Вместе с тем этот метод исследования может применяться для других химических элементов, однако в этом случае вся ответственность за подтверждение его пригодности для указанной цели возлагается на специалиста, проводящего исследования.

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 применены следующие термины с соответствующими определениями.

ISO и IEC ведут терминологические базы данных для использования в области стандартизации по следующим адресам:

- 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.

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

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

Издание официальное

4 Сущность метода

Следовые количества тяжелых металлов в парфюмерно-косметической продукции определяют путем выполнения измерений методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) с использованием растворов, полученных после разложения данной продукции. С этой целью пробы продукции подвергают воздействию минеральных кислот в герметизированных сосудах, нагреваемых до температуры 200 °С в микроволновой печи, благодаря чему обеспечивается достижение высоких значений давления.

При подготовке проб парфюмерно-косметической продукции используют смесь азотной и соляной кислот, которая обеспечивает переход имеющихся следовых количеств тяжелых металлов в раствор для последующих измерений. Существует вероятность, что некоторые неорганические ингредиенты, такие как оксид кремния или диоксид титана, не в полной мере подвергаются разложению в условиях, описанных в настоящем стандарте, и, соответственно, тяжелые металлы, заключенные в структуре таких ингредиентов, не полностью извлекаются.

С другой стороны, принято считать, что доля тяжелых металлов, удерживаемых неорганическими материалами, не оказывает существенного вклада в воздействие, которое эти металлы могут оказывать на организм потребителя. Вследствие подтвержденной высокой чувствительности и избирательности метод ИСП-МС обеспечивает выполнение измерений следовых количеств тяжелых металлов с достоверными результатами.

Тем не менее с целью получения сопоставимых результатов обязательно соблюдение всех условий, предусмотренных для процесса разложения проб.

5 Реактивы

Необходимо тщательно следить за тем, чтобы фоновое содержание определяемых веществ в используемых реактивах и воде было пренебрежимо мало и не создавало помех при проведении анализа. Если не указано иное, под растворами во всех случаях следует понимать водные растворы.

5.1 **Вода** в соответствии с ISO 3696 (удельная электрическая проводимость менее 0,1 мкСм/см при 25 °С [16]) первой степени чистоты.

5.2 **Азотная кислота,** минимальная массовая доля w = 60 %, плотность = 1,38 г/мл, пригодная для выполнения анализа методом ИСП-МС.

5.3 **Соляная кислота,** минимальная массовая доля w = 30 %, плотность = 1,15 г/мл, пригодная для выполнения анализа методом ИСП-МС.

5.4 Исходные растворы внутренних стандартов

Условия хранения и поддержания стабильности исходных растворов внутренних стандартов должны соответствовать указаниям их поставщиков. Раствор внутреннего стандарта должен содержать сертифицированный или прослеживаемый к сертифицированному стандартный образец (ССО) состава.

5.4.1 **Исходный раствор родия** 1000 мг/л.

5.4.2 **Исходный раствор лютеция** 1000 мг/л.

5.5 **Исходные растворы определяемых веществ [хрома (Cr), кобальта (Co), никеля (Ni), мышьяка (As), кадмия (Cd), сурьмы (Sb) и свинца (Pb)]** концентрацией 1000 мг/л для каждого элемента.

Допускается использование имеющихся в продаже одноэлементных или смешанных исходных растворов с сертифицированным или прослеживаемым к ССО составом. Используемые исходные растворы не должны содержать другие элементы, присутствие которых могло бы создавать помехи количественному анализу определяемых веществ.

5.6 **Настроечный раствор для ИСП-МС,** содержащий, например, Ce, Co, Li, Mg, Tl и Y (1 мкг/л) в соответствии с рекомендациями изготовителя оборудования.

6 Инструменты и оборудование

Все инструменты и оборудование, непосредственно контактирующие с пробами или растворами, должны подвергаться предварительной очистке при помощи разбавленной азотной кислоты (см. 7.2) и

ополаскиваться сверхчистой водой (см. 5.1) для обеспечения минимального фонового уровня определяемых веществ. Для предотвращения загрязнения или адсорбции при выполнении анализа не должны использоваться лабораторные принадлежности из боросиликатного стекла.

6.1 Сосуды для разложения

6.1.1 Основные указания

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 быть способны гарантированно выдерживать температуры до 200 °С или более и давление до 40 бар или более.

Рекомендуется сосуд для разложения использовать только для проведения анализа парфюмерно-косметической продукции, чтобы свести к минимуму перекрестное загрязнение. Кроме того, сосуды для разложения необходимо тщательно мыть после каждого использования. После разложения проб с высоким содержанием определяемых веществ рекомендуется проводить холостое разложение с соблюдением всех условий, описанных в методе настоящего стандарта, для очистки сосуда и лишь затем приступать к разложению следующих проб.

6.1.2 Специальные указания для количественного определения сурьмы

По имеющимся данным, сурьма может адсорбироваться внутренней поверхностью стенок сосудов, при этом из практического опыта известно, что вероятность такой адсорбции повышается, если используемые сосуды уже длительное время находились в эксплуатации.

Следует использовать только сосуды с минимально шероховатой внутренней поверхностью во избежание адгезии сурьмы к этой поверхности [7], [6]. Перед использованием все сосуды подвергают тщательному осмотру на наличие царапин или иных повреждений, любых отложений. В случае сомнений относительно состояния внутренней поверхности сосудов для разложения их рекомендуется заменять новыми, ранее не бывшими в эксплуатации.

Установлено, что чаще всего затруднения возникают с сосудами для разложения, изготовленными из политетрафторэтилена, поскольку этот материал может легко повреждаться. Рекомендуется использование кварцевых сосудов, поскольку они являются более стойкими к истиранию. Дефекты также легко заметны по причине прозрачности сосудов. С другой стороны, если политетрафторэтиленовые сосуды не имеют царапин или иных повреждений, а на их внутренней поверхности не образовались отложения, их использование является допустимым.

При возникновении подозрений в возможной адсорбции сурьмы стенками емкостей (например, если наблюдаются существенные отклонения результатов измерений от ожидаемого значения) могут проводиться контрольные испытания согласно 8.4.2.

6.2 Оборудование для микроволнового разложения

Системы микроволнового нагрева должны быть оснащены средствами измерения температуры, одновременно обеспечивающими возможность управления текущей мощностью микроволнового излучения. Датчики температуры перед использованием должны калиброваться не реже чем один раз в год.

6.3 Мембранный фильтр, размер пор 0,45 мкм

Используемый мембранный фильтр должен быть пригодным для анализа следового содержания неорганических веществ. Он должен быть инертным по отношению к растворам кислот в концентрации, необходимой для выполнения анализа, а также не должен загрязнять измеряемые растворы либо адсорбировать из них определяемые вещества. Имеющиеся в продаже фильтры могут изготавливаться из различных материалов [например, из политетрафторэтилена (ПТФЭ), полипропилена (ПП) и др.], а их пригодность для выполнения анализа должна определяться по результатам соответствующих измерений [с использованием холостых проб, проб для контроля качества (КК) и т. п.].

6.4 ИСП-МС

Масс-спектрометр с индуктивно связанной аргоновой плазмой включает в себя систему ввода и атомизации проб и контрольно-измерительный модуль. Для предотвращения мешающего воздействия масс ионов таких тяжелых металлов, как хром, никель, кобальт, мышьяк и кадмий, используемый масс-спектрометр должен обеспечивать возможность компенсации или минимизации таких воздействий (например, за счет наличия в его составе столкновительной и/или реакционной ячейки,

достижения разрешающей способности свыше 3000 либо, при отсутствии такой возможности, применения специальных корректирующих формул для высоких значений концентрации).

7 Приготовление стандартных растворов

7.1 Общие требования

При описании состава любых растворов слово «часть» в настоящем стандарте может указывать на объем или массу. Это означает, что разбавление стандартных образцов и проб может осуществляться либо по объему, либо по массе. В любом случае единообразный подход должен применяться как для стандартных образцов, так и для испытуемых проб.

7.2 Разбавленная азотная кислота

Приготавливают путем смешивания азотной кислоты (см. 5.2) с чистой водой (см. 5.1) в соотношении приблизительно 1:9 частей соответственно.

7.3 Разбавляющий раствор

Разбавляющий раствор должен иметь такой же состав кислот (общее содержание и соотношение кислот), что и аналитический раствор (разбавленный раствор после разложения пробы). Раствор должен содержать:

- 2,5 части азотной кислоты (см. 5.2);
- 0,5 части соляной кислоты (см. 5.3);
- 97 частей воды (см. 5.1).

7.4 Растворы внутренних стандартов

7.4.1 Общие требования

Используемые внутренние стандарты (ВС) должны покрывать весь диапазон значений массы предполагаемых определяемых веществ и обладать энергией ионизации, аналогичной для тяжелых металлов, для корректировки результатов анализа которых они предназначены. Также необходимо убедиться, что исходная концентрация анализируемых внутренних стандартов пренебрежимо мала и что на них не оказывают мешающее воздействие компоненты пробы.

Родий и лютеций являются подтвержденными на практике пригодными внутренними стандартами. Таким образом, пробы следует проверять как на несущественное исходное содержание внутренних стандартов, так и на отсутствие помех от их составных компонентов.

Родий пригоден для определения содержания хрома, кобальта, никеля, мышьяка, кадмия и сурьмы, в то время как лютеций лучше всего подходит для определения содержания свинца. Допускается также использование иных элементов (например, индия или иридия). Напротив, скандий не может использоваться в качестве ВС по причине интерференции кальция. Помимо этого, не рекомендуется выбирать в качестве ВС элементы со значением массы (масса/заряд) менее 100, так как они могут интерферировать с материалами матрицы.

Растворы внутренних стандартов могут добавляться в одинаковой концентрации в каждую пробу и градуировочные растворы или могут вводиться через подключенный Y-образный фитинг непосредственно в трубку насоса.

Значение концентрации растворов внутренних стандартов должно находиться в диапазоне от 1 до 2 мг/л. Для всех вычислений согласно 7.4.2 и 7.4.3 далее использовано значение концентрации 1 мг/л.

7.4.2 Стандартный раствор родия, 1 мг/л

Смешивают исходный раствор родия (см. 5.4.1) с разбавляющим раствором (см. 7.3) в соотношении 1:999. Данный стандартный раствор является стабильным при комнатной температуре в течение 6 мес.

Вместо родия в качестве внутреннего стандарта также могут быть использованы индий или иридий.

7.4.3 Стандартный раствор лютеция, 1 мг/л

Для получения стандартного раствора исходный раствор лютеция (см. 5.4.2) смешивают с разбавляющим раствором (см. 7.3) в соотношении 1:999. Данный стандартный раствор может сохранять стабильность при комнатной температуре в течение 6 мес.

Вместо лютеция в качестве внутренних стандартов также могут быть использованы индий или иридий.

7.5 Стандартные растворы

7.5.1 Общие требования

Приведенные в настоящем стандарте значения концентрации стандартных растворов являются примерами и подлежат корректировке с учетом текущих условий в испытательных лабораториях.

7.5.2 Смешанный стандартный раствор высокой концентрации, 10 мг/л

Разбавляют в 100 раз исходный раствор (исходные растворы) определяемых веществ (см. 5.5) путем добавления:

- для исходных растворов, содержащих только одно определяемое вещество: по 1 части каждого из 7 исходных растворов к 93 частям разбавляющего раствора (см. 7.3);
- для исходных растворов, содержащих комплекс определяемых веществ: 1 часть исходного раствора к 99 частям разбавляющего раствора (см. 7.3).

Данный стандартный раствор высокой концентрации является стабильным при комнатной температуре в течение 6 мес.

7.5.3 Смешанный стандартный раствор низкой концентрации, 0,1 мг/л

Разбавляют в 100 раз исходный раствор высокой концентрации (см. 7.5.2) путем добавления 1 части этого раствора к 99 частям разбавляющего раствора (см. 7.3). Данный стандартный раствор низкой концентрации является стабильным при комнатной температуре в течение 3 мес.

7.6 Холостой градуировочный раствор

Холостой градуировочный раствор соответствует раствору матрицы пробы, в котором не содержится ни одного определяемого вещества. Как правило, он представляет собой разбавляющий раствор с соответствующей концентрацией подходящих внутренних стандартов, если не добавляется через Y-образный фитинг непосредственно в процессе измерений.

7.7 Градуировочные растворы

Комплексные градуировочные растворы приготавливают путем разбавления смешанного стандартного раствора низкой концентрации (см. 7.5.3) разбавляющим раствором (см. 7.3) для получения таких уровней концентрации веществ, которые находились бы в пределах линейного диапазона измерений прибора и в пределах целевого диапазона концентраций. Добавляют соответствующие внутренние стандарты в подходящей концентрации или добавляют внутренние стандарты в режиме онлайн путем нагнетания в поток пробы через подключенный Y-образный фитинг.

В общей сложности должно быть приготовлено не менее 3 градуировочных растворов с различной концентрацией. Эти градуировочные растворы необходимо приготавливать ежедневно.

Примерная схема приготовления градуировочных растворов приведена в таблице 1 (для случаев, когда внутренние стандарты предварительно добавляются во все градуировочные растворы) и в таблице 2 (для случаев, когда внутренние стандарты вводятся в процессе измерений через подключенный Y-образный фитинг).

Таблица 1 — Примеры градуировочных растворов для измерений методом ИСП-МС (добавление внутренних стандартов в каждый градуировочный раствор)

Градуировочный раствор	Количество частей смешанного стандартного раствора низкой концентрации (см. 7.5.3)	Количество частей стандартного раствора родия (см. 7.4.2)	Количество частей стандартного раствора лютеция (см. 7.4.3)	Количество частей разбавляющего раствора (см. 7.3)	Концентрация определяемого вещества в градуировочном растворе, мкг/л
Холостой градуировочный раствор	0	2	2	496	0
Градуировочный раствор 1	2,5	2	2	493,5	0,5

Окончание таблицы 1

Градуировочный раствор	Количество частей смешанного стандартного раствора низкой концентрации (см. 7.5.3)	Количество частей стандартного раствора родия (см. 7.4.2)	Количество частей стандартного раствора лютеция (см. 7.4.3)	Количество частей разбавляющего раствора (см. 7.3)	Концентрация определяемого вещества в градуировочном растворе, мкг/л
Градуировочный раствор 2	5	2	2	491	1
Градуировочный раствор 3	10	2	2	486	2
Градуировочный раствор 4	25	2	2	471	5
Градуировочный раствор 5	50	2	2	446	10

Таблица 2 — Примеры градуировочных растворов для измерений методом ИСП-МС (ввод внутренних стандартов через Y-образный фитинг)

Градуировочный раствор	Количество частей смешанного стандартного раствора низкой концентрации (см. 7.5.3)	Количество частей разбавляющего раствора (см. 7.3)	Концентрация определяемого вещества в градуировочном растворе, мкг/л
Холостой градуировочный раствор	0	500	0
Градуировочный раствор 1	2,5	497,5	0,5
Градуировочный раствор 2	5	495	1
Градуировочный раствор 3	10	490	2
Градуировочный раствор 4	25	475	5
Градуировочный раствор 5	50	450	10

8 Проведение испытаний

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть сопряжено с использованием опасных материалов, операций и оборудования. Настоящий стандарт не ставит своей целью рассмотрение в полном объеме рисков нарушения безопасности, которые могут быть связаны с его применением. Всю ответственность за принятие необходимых мер по сохранению здоровья и безопасности персонала перед выполнением операций, описанных в стандарте, несут специалисты, проводящие исследование.

8.1 Подготовка проб

Гомогенизируют отобранные пробы с помощью соответствующих устройств. На данном этапе важно добиться превращения исходной пробы в однородный материал, пригодный для последующего взвешивания. После завершения гомогенизации все устройства подвергают тщательной очистке во избежание загрязнения последующих проб. См. раздел 6.

8.2 Разложение под давлением

Предупреждение 1 — В зависимости от степени реакционной способности пробы может потребоваться взвешивать навески в меньшем количестве, чем указано в 8.2.2, для предотвращения чрезмерно бурного протекания реакции или взрыва. Необходимо иметь в виду, что взрывом может заканчиваться процесс разложения проб с высоким содержанием углерода (например, состоящих из углеводов, жиров, масел, восков). В свою очередь, смешивание спиртов или растворителей с концентрированной

азотной кислотой может вызывать сильно выраженную реакцию даже при комнатной температуре. В связи с чем перед добавлением кислоты (см. 8.2.2) 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 его разрушению. Перед разложением следует убедиться, что проба полностью покрыта смесью кислот.

8.2.1 Общие требования

Температуру и давление внутри сосуда необходимо контролировать для надлежащего протекания процесса разложения (см. 6.2). 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.

8.2.2 Подготовка пробы путем разложения. Общие указания

Аккуратно взвешивают 200 мг пробы в сосуде для разложения. Добавляют 1 мл воды (см. 5.1) и тщательно перемешивают при помощи встряхивающего/перемешивающего устройства или вручную до тех пор, пока проба полностью не суспензируется в воде.

Добавляют к смеси 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 варьировать от 30 мин до суток.

Затем добавляют 1 мл соляной кислоты (см. 5.3) и быстро перемешивают. После добавления соляной кислоты сосуд для работы под давлением должен быть немедленно закрыт и герметизирован, чтобы выделяющийся газообразный хлор не испарялся и использовался в реакции.

8.2.3 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. 8.2.2).

Во всех других случаях масса пробы может при необходимости корректироваться, однако соотношение между массой пробы и используемыми объемами кислот (см. 8.2.2) должно оставаться неизменным.

При подготовке проб продукции с высоким содержанием летучих веществ в целях безопасности настоятельно рекомендуется полностью удалить из нее летучие составляющие, осторожно нагревая для этого пробу (например, на водяной бане при температуре 60 °С) и одновременно контролируя изменение ее массы в сосуде для разложения, но перед добавлением к ней кислоты (см. 8.2.2).

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

8.2.4 Процедура микроволнового разложения

Предупреждение 1 — Разложение проб при повышенной температуре требуется проводить с особой осторожностью, так как этот процесс может сопровождаться увеличением давления внутри рабочего сосуда, создающим значительные риски для безопасности персонала. На всех стадиях процесса разложения необходимо строго соблюдать меры предосторожности, предусмотренные изготовителями оборудования.

Программа термической обработки проб должна включать в себя три этапа:

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

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

c) охлаждение до 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.

Так, например, 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) удерживание значения температуры на уровне 160 °С в течение 15 мин;

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

d) удерживание значения температуры на уровне 180 °С в течение 10 мин;
e) повышение температуры от 180 °С до 200 °С за 35 мин;
f) удерживание значения температуры на уровне 200 °С в течение 30 мин;
g) охлаждение до 50 °С перед извлечением сосудов из микроволновой печи.

Примечание — Описанная выше альтернативная программа разложения не была включена в валидационные исследования. Пользователь должен подтвердить равнозначность данной программы в случае ее использования.

8.2.5 Приготовление растворов для измерений

Открывают сосуды, предварительно охладив их до комнатной температуры в соответствии с указаниями изготовителя.

Количественно переносят раствор, полученный при разложении, в другой сосуд и разбавляют водой (см. 5.1) до объема 20 мл. Затем снова разбавляют этот раствор водой (см. 5.1) в соотношении 1:9. Если ввод в пробу внутренних стандартов не планируется осуществлять через Y-образный фитинг непосредственно в процессе измерений, то на стадии разбавления к раствору добавляют количество растворов внутренних стандартов (см. 7.4.2 и 7.4.3) для получения значения концентрации ВС, соответствующей концентрации в градуировочных растворах.

Примечание — Отличающиеся значения объема для промежуточного разбавления при количественном переносе раствора, полученного при разложении, из сосуда для разложения могут быть использованы при условии, что окончательное разбавление во всех случаях остается неизменным. Так, например, если на первом этапе после переноса в другой сосуд раствор разбавляют водой (см. 5.1) до объема 50 мл, то на следующем этапе его разбавляют водой (см. 5.1) в соотношении 1:3.

При необходимости может осуществляться дальнейшее разбавление проб при помощи разбавляющего раствора (см. 7.3) для получения значения концентрации определяемого вещества, которое находилось бы в пределах линейного диапазона градуировки прибора. Необходимо следить за тем, чтобы концентрация внутреннего стандарта в измеряемом растворе соответствовала его концентрации в градуировочном растворе.

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

8.3 Применение метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

8.3.1 Условия эксплуатации оборудования для метода ИСП-МС

Перед тем как активировать генерацию плазмы, выполняют предварительную настройку оборудования в соответствии с указаниями изготовителя. Спустя время, необходимое для прогрева и стабилизации (приблизительно 20—30 мин после запуска), оптимизируют настройки оборудования.

Параметры настойки должны быть выбраны так, чтобы обеспечить высокий уровень чувствительности определения и низкий уровень интерференций (например, соотношение оксидов, двухзарядные ионы).

Для этой цели выполняют измерения соответствующего настроечного раствора для ИСП-МС (см. 5.6). Скорость образования оксидов и двухзарядных ионов при этом не должна превышать, например, 3 %, в зависимости от рекомендаций изготовителя прибора.

Если в целях уменьшения полиатомных спектральных наложений при измерениях используются коллизионные или реакционные ячейки, оптимизируют расход газа (газов) для этих ячеек.

При определении границ разрешающей способности для низких, средних и высоких значений массы ионов следуют рекомендациям изготовителя спектрометрического оборудования. Проверяют, находится ли измеряемое значение массы в центре выбранных границ разрешающей способности.

Выполняют измерения по меньшей мере одного внутреннего стандарта для каждого значения массы, для которого проверяется разрешающая способность.

Конструкцией серийно выпускаемых масс-спектрометров часто предусматривается возможность использования различных видов детекторов или рабочих режимов детекторов (например, импульсного и аналогового) для охвата более широкого линейного диапазона значений концентрации. В подобных случаях прибор должен обеспечивать, чтобы при переходе от одного детектора к другому или из одного рабочего режима к другому чувствительность оставалась постоянной и оптимальной.

8.3.2 Количественное определение веществ методом ИСП-МС

После оптимизации настроек оборудования приступают к выполнению измерений. В таблице 3 приведены рекомендуемые значения массы изотопов для анализируемых химических элементов.

Таблица 3 — Рекомендуемые значения массы изотопов

Химический элемент	Масса а.е.м.	Частота встречаемости изотопов, %	Потенциальные источники интерференции[a)]
Cr	52	83,8	$^{35}Cl^{16}O^{1}H^{+}$, $^{40}Ar^{12}C^{+}$, $^{36}Ar^{16}O^{+}$
	53	9,5	$^{37}Cl^{16}O^{+}$, $^{38}Ar^{15}N^{+}$, $^{38}Ar^{14}N^{1}H^{+}$
Co	59	100	$^{43}Ca^{16}O^{+}$, $^{42}Ca^{16}O^{1}H^{+}$, $^{24}Mg^{35}Cl^{+}$, $^{36}Ar^{23}Na^{+}$
Ni	60	26,2	$^{44}Ca^{16}O^{+}$, $^{23}Na^{37}Cl^{+}$, $^{48}Ti^{12}C^{+}$
	62	3,6	$^{46}Ti^{16}O^{+}$, $^{23}Na^{39}K^{+}$
As	75	100	$^{40}Ar^{35}Cl^{+}$, $^{59}Co^{16}O^{+}$
Rh (ВС)	103	100	$^{40}Ar^{63}Cu^{+}$
Cd	111	12,8	$^{94}Zr^{16}O^{1}H^{+}$, $^{95}Mo^{16}O^{+}$
	114[b)]	28,7	$^{114}Sn^{+}$, $^{98}Mo^{16}O^{+}$, $^{96}Zr^{18}O^{+}$
In (ВС)	115	95,7	$^{99}Ru^{16}O^{+}$
Sb	121	57,4	$^{105}Pd^{16}O^{+}$
	123	47,6	$^{94}Zr^{16}O^{2}$, $^{107}Ag^{16}O^{+}$
Lu (ВС)	175	97,4	$^{159}Tb^{16}O^{+}$
Ir (ВС)	193	62,7	$^{177}Hf^{16}O^{+}$
Pb	206	24,1	$^{190}Pt^{16}O^{+}$
	207	22,1	$^{191}Pt^{16}O+$
	208	52,4	$^{192}Pt^{16}O^{+}$

a) Межэлементная интерференция возникает в присутствии изобаров, двухзарядных ионов и многоатомных ионов.

b) ^{114}Sn может создавать помехи для ^{114}Cd. Если в составе готовой парфюмерно-косметической продукции присутствует SnO, использование изотопа ^{114}Cd не допускается.

Выполняют измерения холостого градуировочного раствора (см. 7.6) и градуировочных растворов (см. 7.7). Строят градуировочную кривую для каждого изотопа определяемых веществ. Каждая такая кривая представляет концентрацию определяемого вещества как функцию отклика прибора (в отсчетах/с). Отклик прибора соответствует скорости счета изотопов определяемого вещества, приведенной к скорости счета изотопов выбранного внутреннего стандарта.

Вводят в прибор раствор пробы для измерений. Для каждого изотопа определяемого вещества преобразовывают измеренные значения отклика прибора в значения, выраженные в единицах концентрации, руководствуясь градуировочной кривой.

При возникновении сомнений в достоверности полученных результатов или при необходимости дополнительного контроля правильности измерений целесообразным может быть применение метода стандартных добавок.

Подход, основанный на вычитании значений для холостой пробы, применять не рекомендуется. В случае обнаружения загрязнений, способных повлиять на содержание веществ, содержащихся в растворах, полученных при разложении, результаты для всей серии растворов, как правило, аннулируют. Источник этих загрязнений должен быть определен и устранен до начала приготовления новой серии растворов для разложения.

8.4 Контроль качества выполнения анализа

8.4.1 Общие требования

Контроль качества выполнения анализа должен обеспечиваться на всех стадиях, описанных в настоящем стандарте, а именно с применением перечисленных ниже средств. Холостые пробы:

- холостая проба для разложения: помещается в выбранный случайным образом сосуд для разложения и содержит все необходимые реактивы [воду/азотную кислоту/соляную кислоту (1 часть/5 частей/1 часть соответственно)], но не содержит пробу;
- холостая проба для анализа: имеет такой же состав, как и разбавляющий раствор [вода/азотная кислота/соляная кислота (97 частей/2,5 части/0,5 части соответственно)];
- холостая проба для градуировки: имеет такой же состав, как и разбавляющий раствор [вода/азотная кислота/соляная кислота (97 частей/2,5 асти/0,5 части соответственно)].

Несмотря на то что холостые пробы для градуировки и анализа имеют одинаковый состав, они должны приготавливаться как два независимых раствора.

Контроль качества:

- проба для контроля качества: проба с известным значением содержания определяемого вещества, которая проходит все стадии процесса исследования, начиная с разложения. В целях обеспечения приемлемой оценки аналитического метода, включая стадию разложения, проба для контроля качества должна включать в себя соответствующие составляющие матрицы. Физико-химические свойства такой пробы должны быть как можно более приближены к свойствам испытуемой пробы. В качестве пробы для контроля качества может использоваться сертифицированный стандартный образец либо иной продукт с хорошо изученными характеристиками. При исследовании проб парфюмерно-косметической продукции, которые не являются жидкостями, в качестве пробы для общего контроля качества настоятельно рекомендуется также выбирать продукт нежидкой консистенции (например, твердый или пастообразный);
- контроль качества анализа: промежуточный градуировочный раствор или раствор стандартного образца.

Степень извлечения и относительное стандартное отклонение (ОСО), упоминаемые в 8.4.2 и 8.4.3, являются критериями приемлемости результатов, получаемых конкретной лабораторией, и позволяют оценить качество выполняемых ей измерений. Уровень внутрилабораторной изменчивости результатов должен быть меньше уровня общей погрешности для стандарта (±40 %), установленной путем межлабораторных кольцевых сличений и детализированной в приложении А.

8.4.2 На стадии разложения

8.4.2.1 Основные указания

В каждую партию проб для разложения следует включать холостую пробу (пробы) для разложения и пробу (пробы) для контроля качества, которые должны проходить те же стадии подготовки и разложения, что и пробы испытуемой парфюмерно-косметической продукции.

Холостые пробы для разложения используются для оценки содержания загрязняющих веществ из других источников, которые не являются парфюмерно-косметической продукцией (т. е. сосуды, растворы кислот, вода, фильтры и т. п.).

Проба для контроля качества предназначена для оценки результативности аналитического метода в целом, а именно путем сравнения значения, полученного при ее анализе, с соответствующим исходным заданным значением. Критерии приемлемости получаемых значений в отношении пробы для контроля качества определяются оператором оборудования [3] с учетом накопленного опыта и могут применяться лабораториями, проводящими исследования, благодаря контрольным картам [17]. Критерий приемлемости степени извлечения вещества, применяемый для целей контроля качества в пределах отдельно взятой лаборатории, обычно составляет ±20 %. Для информации: в случае проб, для которых применялся метод добавок, критерий приемлемости степени извлечения вещества в соответствии с нормами Фармакопеи США (USP) устанавливается на уровне от 70 % до 150 % [1].

Если полученное значение не укладывается в заданный диапазон, предпринимают следующие действия:

- осуществляют повторную калибровку оборудования и повторный анализ растворов проб, измеренных за период со времени последней надлежащей калибровки, для оценки аналитической части процедуры;
- добавляют в пробу известное количество определяемого вещества для контроля аналитической части процедуры (количественного определения методом ИСП-МС) и отсутствия потерь определяемо-

го вещества (например, вследствие образования осадка, сорбции, испарения и т. п.) при выполнении анализа;

- проверяют состояние используемых сосудов и правильность выбранных параметров для проведения микроволнового разложения;
- после этого оценивают правильность выполнения стадии разложения путем проведения повторного разложения проб;
- на заключительном этапе может проводиться проверка качества путем замены пробы для контроля качества другой пробой (пробой для контроля качества из другой партии или пробой для контроля качества другого типа).

Если существенные отклонения от заданного значения были выявлены при анализе на содержание сурьмы, настоятельно рекомендуется провести испытания на поверхностную адсорбцию согласно 8.4.2.2.

Для контроля показателей прецизионности и однородности пробы проводят минерализацию двух порций одной и той же парфюмерно-косметической продукции, лучше из двух различных партий продукции. Если значение ОСО при сравнении результатов для двух повторностей превышает 20 %, стадии разложения и анализа повторяют.

8.4.2.2 Рекомендуемые подтверждающие испытания для контроля адсорбции сурьмы поверхностью сосудов

Если степень извлечения сурьмы или относительное стандартное отклонение при сравнении значений, полученных для повторностей разложения проб, не удовлетворяют требованиям контроля качества, принятым в лаборатории, могут проводиться дополнительные испытания на адсорбцию вещества. Опытным путем установлено, что высокие концентрации HCl способствуют стабилизации сурьмы в растворе и препятствуют ее адсорбции поверхностью сосуда для разложения.

В этой связи рекомендуется проверять адсорбцию вещества стенками сосудов путем разложения одной порции стандарта или пробы, содержащих сурьму, с использованием 1 мл соляной кислоты (см. 5.3) согласно 8.2.2, а другой порции — с добавлением 2 мл соляной кислоты. При обнаружении значительных расхождений сосуды для разложения считают поврежденными и непригодными для дальнейшего использования в целях количественного определения содержания сурьмы. Эти сосуды заменяют новыми, не бывшими в эксплуатации.

Настоящий стандарт не включает значения содержания сурьмы в качестве конечных результатов исследования, для получения которых использовалось увеличенное количество соляной кислоты.

При выполнении разложения проб с увеличенным количеством соляной кислоты необходимо соблюдать особую осторожность, так как этот процесс с большой вероятностью может сопровождаться увеличением давления внутри сосуда, что создает значительные риски для безопасности персонала.

8.4.3 На стадии анализа

При выполнении анализа в число проб включают пробы для контроля качества, позволяющие убедиться в достоверности количественного определения.

Во все используемые растворы (холостые пробы, градуировочные растворы, испытуемые пробы, пробы для контроля качества) должен добавляться внутренний стандарт в одинаковой концентрации, чтобы таким образом компенсировать вероятный дрейф плазмы.

Могут быть предусмотрены регулярные (т. е. через каждые 10 проб) измерения холостых проб для анализа, подтверждающие отсутствие переноса загрязнений. Кроме того, анализ таких холостых проб может выполняться сразу после анализа градуировочного раствора с максимальной концентрацией или после анализа пробы, предположительно характеризующейся высоким содержанием определяемого вещества. Содержание химических элементов в холостых растворах (т. е. холостых пробах для разложения, градуировки и анализа) должно быть достаточно низким. Если данное требование не выполняется, определяют причины высокого содержания этих элементов в холостых растворах и в случае необходимости повторяют стадию разложения.

В свою очередь, последовательный анализ повторностей проб дает возможность проконтролировать качество промывания ИСП-МС и убедиться в отсутствии перекрестного загрязнения. Если такое загрязнение все же было выявлено, в процедуру промывания вносят изменения (увеличивают время или заменяют используемые промывочные растворы), добиваясь полного исчезновения его признаков.

Должны быть предусмотрены регулярные (т. е. через каждые 10 проб) измерения проб для контроля качества в целях проверки стабильности отклика оборудования. Критерий приемлемости степени извлечения вещества, обычно применяемый для целей контроля качества в пределах отдельно взятой лаборатории, составляет ±20 %. Если степень извлечения определяемого вещества не укладывается

в этот диапазон, выполняют повторную калибровку оборудования и повторный анализ растворов проб, измеренных за период со времени последней надлежащей калибровки.

8.4.4 Примерная последовательность выполнения операций ИСП-МС

Примерная последовательность выполнения аналитических операций при применении метода ИСП-МС, включая использование всех рекомендуемых проб для контроля качества, приведена в таблице 4.

Таблица 4 — Примерная последовательность выполнения операций ИСП-МС

1	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
2	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
3	Холостая проба для градуировки	Градуировочная кривая
4	Градуировочный раствор 1—0,5 мкг/л	
5	Градуировочный раствор 2—1 мкг/л	
6	Градуировочный раствор 3—2 мкг/л	
7	Градуировочный раствор 4—5 мкг/л	
8	Градуировочный раствор 5—10 мкг/л	
9	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
10	Проба для контроля качества выполнения анализа 5 мкг/л	Аналитическая контрольная проба
11	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
12	Холостая проба для контроля разложения. Анализ 1	Разложение холостого раствора
13	Проба для контроля разложения. Анализ 2	
14	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
15	Проба для общего контроля качества. Анализ 1	Проба для контроля метода
16	Проба для общего контроля качества. Анализ 2	
17	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
18	Проба парфюмерно-косметической продукции 1. Анализ 1	Проба парфюмерно-косметической продукции 1
19	Проба косметической продукции 1. Анализ 2	
20	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
21	Проба парфюмерно-косметической продукции 2. Анализ 1	Проба парфюмерно-косметической продукции 2
22	Проба парфюмерно-косметической продукции 2. Анализ 2	
23	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества

Окончание таблицы 4

24	Проба парфюмерно-косметической продукции 3. Анализ 1	Проба парфюмерно-косметической продукции 3
25	Проба парфюмерно-косметической продукции 3. Анализ 2	
26	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества
27	Контроль качества выполнения анализа — 5 мкг/л	Аналитическая контрольная проба
28	Холостая проба для анализа	Фоновый уровень содержания определяемого вещества

9 Вычисления

Вычисляют концентрацию определяемого химического элемента в пробе парфюмерно-косметической продукции C_C, мг/кг, по формуле (1):

$$C_C = \frac{(a \cdot V \cdot F)}{(1000 \cdot m)}, \quad (1)$$

где a — концентрация определяемого вещества в анализируемом растворе пробы, мкг/л;

V — объем долитого разбавленного раствора, полученного при разложении, мл;

F — коэффициент разбавления измеряемого раствора пробы;

m — масса пробы парфюмерно-косметической продукции, г.

Значение коэффициента разбавления F должно учитывать все этапы разбавления до получения раствора для измерения.

10 Рабочие характеристики метода

Рабочие характеристики метода были определены на основе его профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [8]), позволяющих оценить общий уровень прецизионности и валидированный диапазон определения для каждого анализируемого химического элемента. Принимая во внимание все результаты, полученные в ходе межлабораторных сличений, которые проводились с целью валидации метода с использованием матриц парфюмерно-косметической продукции, содержащих сертифицированный стандартный образец в качестве источника тяжелых металлов, в качестве толерантного предела было установлено значение ±40 % для всех анализируемых химических элементов. Все профили точности приведены в приложении А. Таким образом, устанавливаются следующие валидированные диапазоны измерений:

- для хрома — от 8,6 до 51 мг/кг;
- для кобальта — от 0,4 до 22,3 мг/кг;
- для никеля — от 1,8 до 28,3 мг/кг;
- для мышьяка — от 0,9 до 25,1 мг/кг;
- для кадмия — от 0,5 до 23 мг/кг;
- для сурьмы — от 0,5 до 10 мг/кг;
- для свинца — от 1,3 до 27,1 мг/кг.

Еще одни межлабораторные сличения в отношении таких химических элементов, как никель, мышьяк, кадмий, сурьма и свинец, были проведены в 2015 г. для оценки результатов в соответствии с требованиями ISO 5725-2 [1]. В общей сложности исследованию было подвергнуто семь проб парфюмерно-косметической продукции, а именно: губной помады, лосьона для тела, зубной пасты и теней для век — с добавлением в них различных количеств элементов, перечисленных выше.

Межлабораторные испытания выполнялись в следующих рабочих диапазонах концентрации:

- для никеля — от 1,30 до 30,45 мг/кг;
- для мышьяка — от 0,47 до 8,55 мг/кг;

- для кадмия — от 0,11 до 4,12 мг/кг;
- для сурьмы — от 0,45 до 13,77 мг/кг;
- для свинца — от 0,56 до 17,36 мг/кг.

Статистические характеристики вторых межлабораторных сличений приведены в приложении Б.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать данные согласно ISO/IEC 17025 [12], 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;

e) дату проведения испытаний;

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

g) любые подробные описания 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.

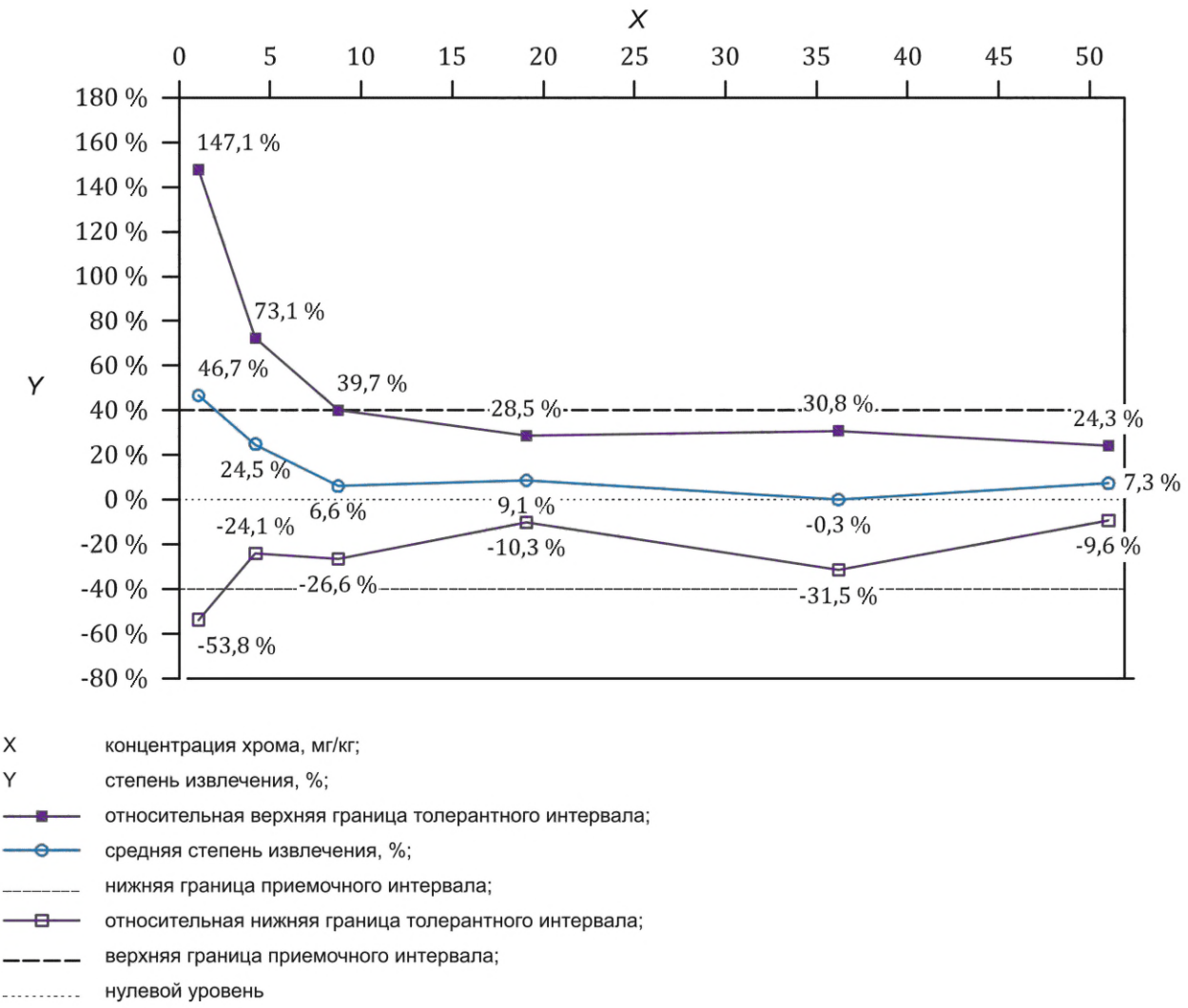
Приложение А
(справочное)

Рабочие характеристики метода, определяемые на основе профилей точности

Для оценки рабочих характеристик метода, установленного в настоящем стандарте, исследованию, проводившемуся при участии нескольких лабораторий, были подвергнуты 6 проб, в трех повторностях каждая. Эти образцы представляли собой специально изготовленные губные помады с известным содержанием тяжелых металлов, в качестве источника которых использовался только ССО в твердом состоянии.

Основа для губной помады без каких-либо источников тяжелых металлов была предварительно приготовлена и проверена с использованием метода настоящего стандарта. Затем в полученную основу с красителями, не содержащими тяжелые металлы, 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 6 партий губной помады с разным количеством добавленного ССО (соответствующим 6 различным уровням концентрации каждого анализируемого элемента), в них контролировалось содержание тяжелых металлов. Каждая из 6 партий была разделена на аликвоты в несколько контейнеров, каждая аликвота контролировалась перед ее отправкой для анализа 8 лабораториям — участникам сличений.

Результаты межлабораторных сличений, полученные для каждого из 7 химических элементов (Cr, Co, Ni, As, Cd, Sb, Pb) и приведенные на рисунках А.1—А.7, позволяют оценить рабочие характеристики метода с помощью подхода, основанного на использовании профилей точности (как описано в ISO/TS 22176 [8]).



X концентрация хрома, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

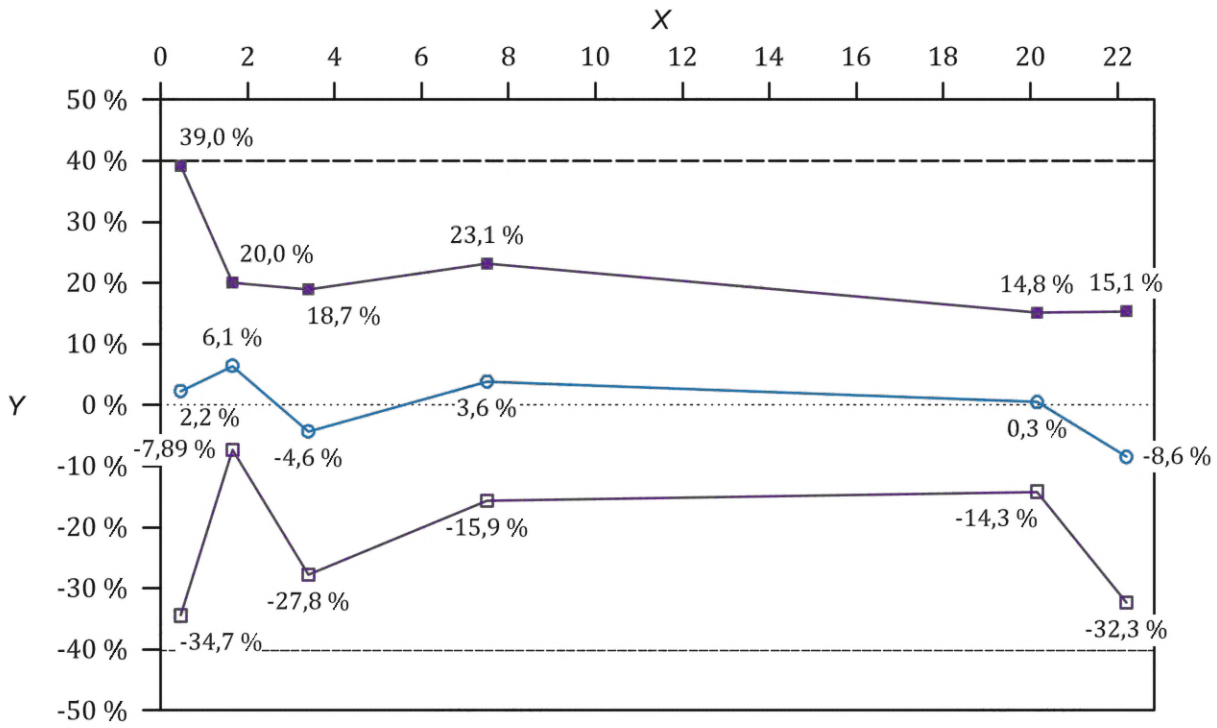
нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.1 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации хрома в диапазоне от 8,6 до 51 мг/кг



X концентрация кобальта, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

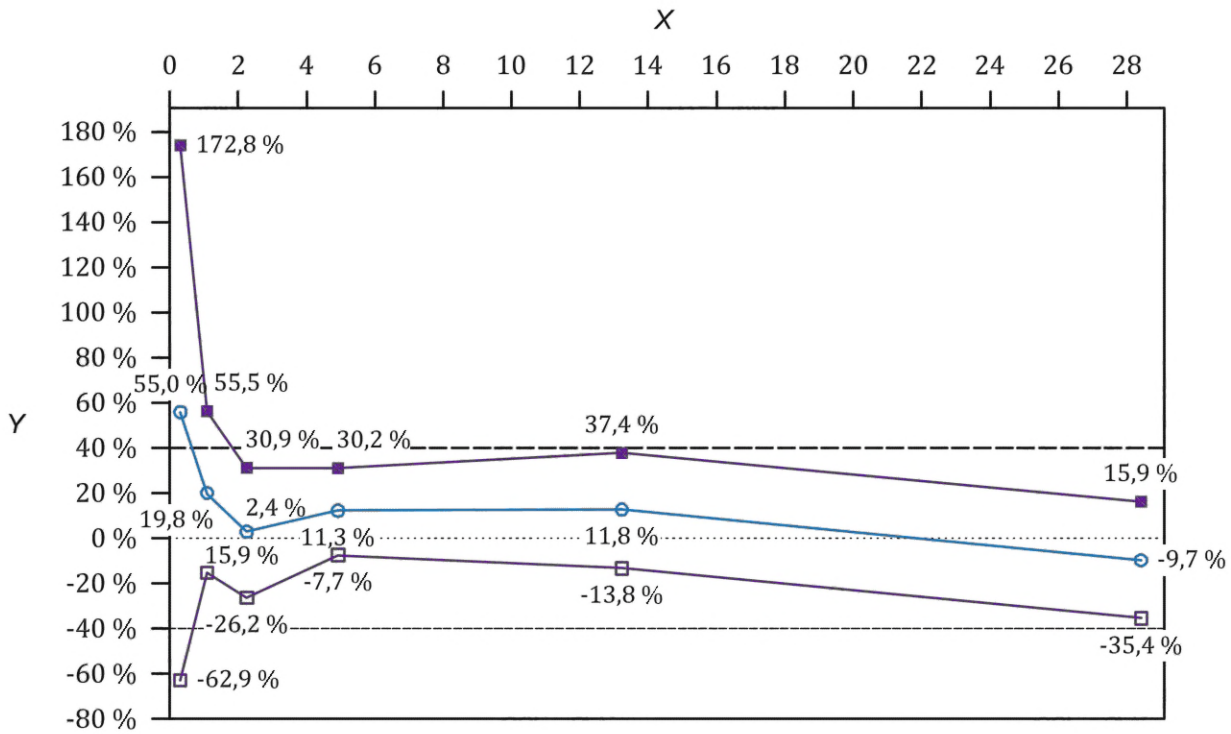
нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.2 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации кобальта в диапазоне от 0,4 до 22,3 мг/кг



X концентрация никеля, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

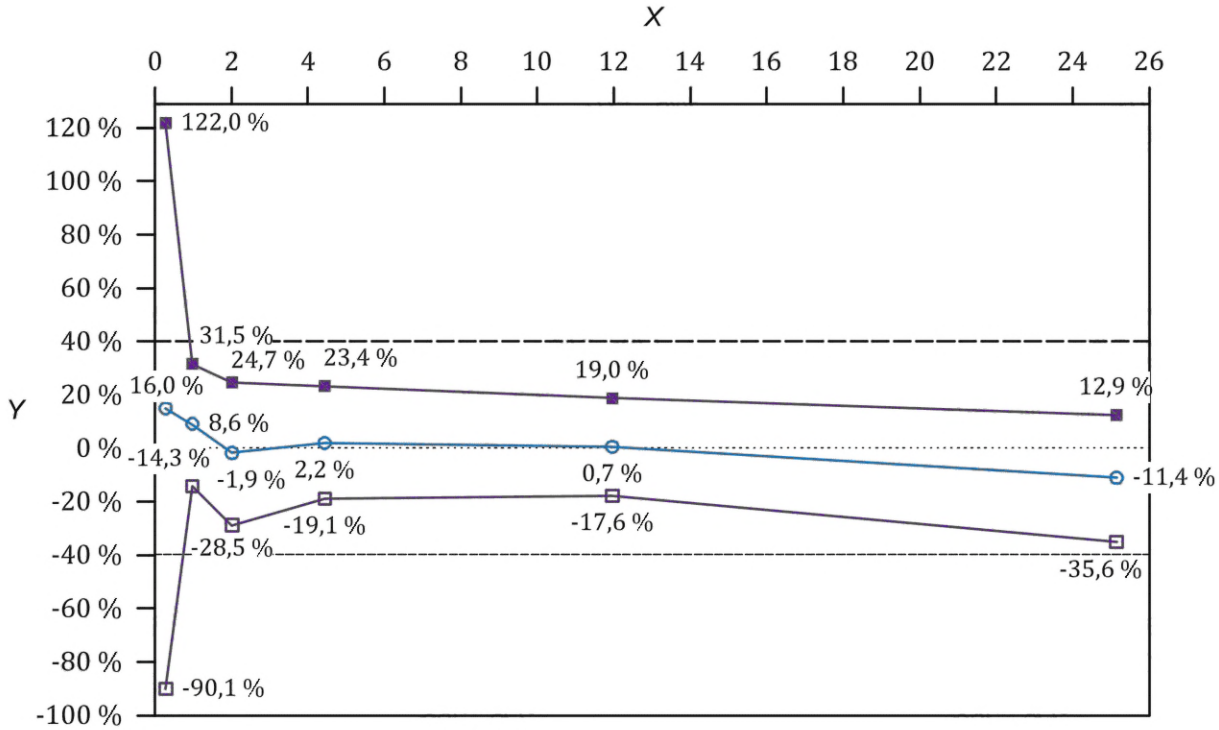
нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.3 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации никеля в диапазоне от 1,8 до 28,3 мг/кг



X концентрация мышьяка, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

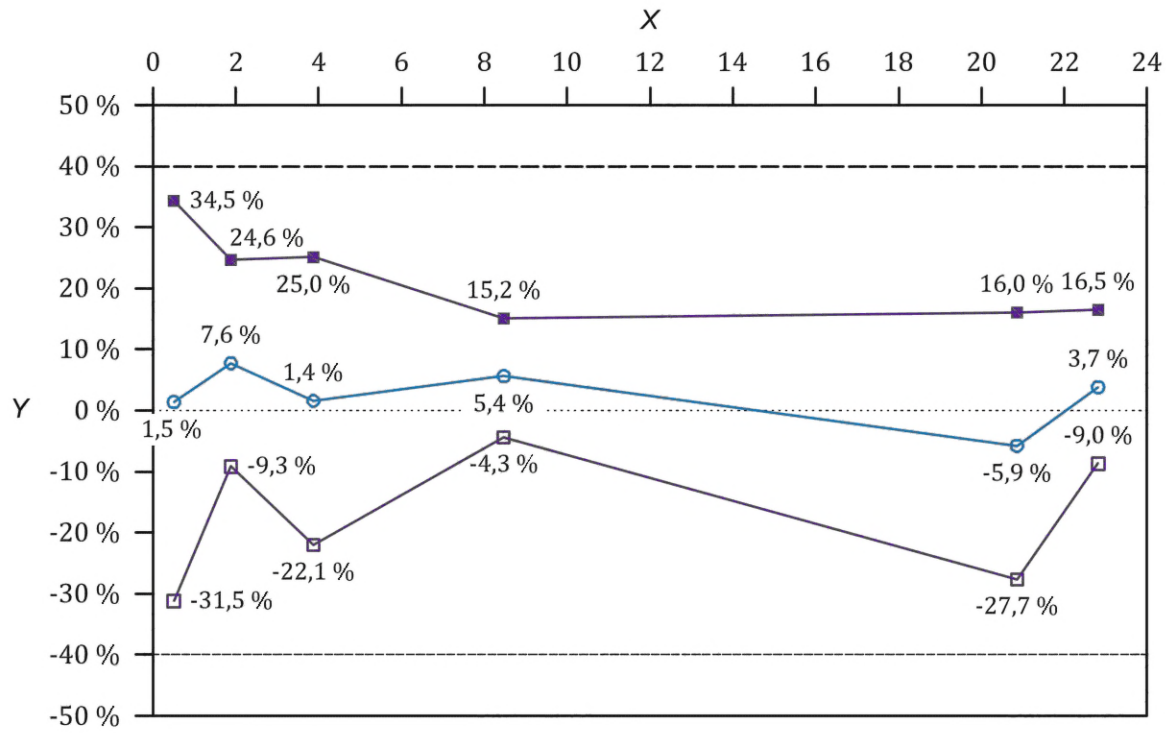
нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.4 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации мышьяка в диапазоне от 0,9 до 25,1 мг/кг



X концентрация кадмия, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

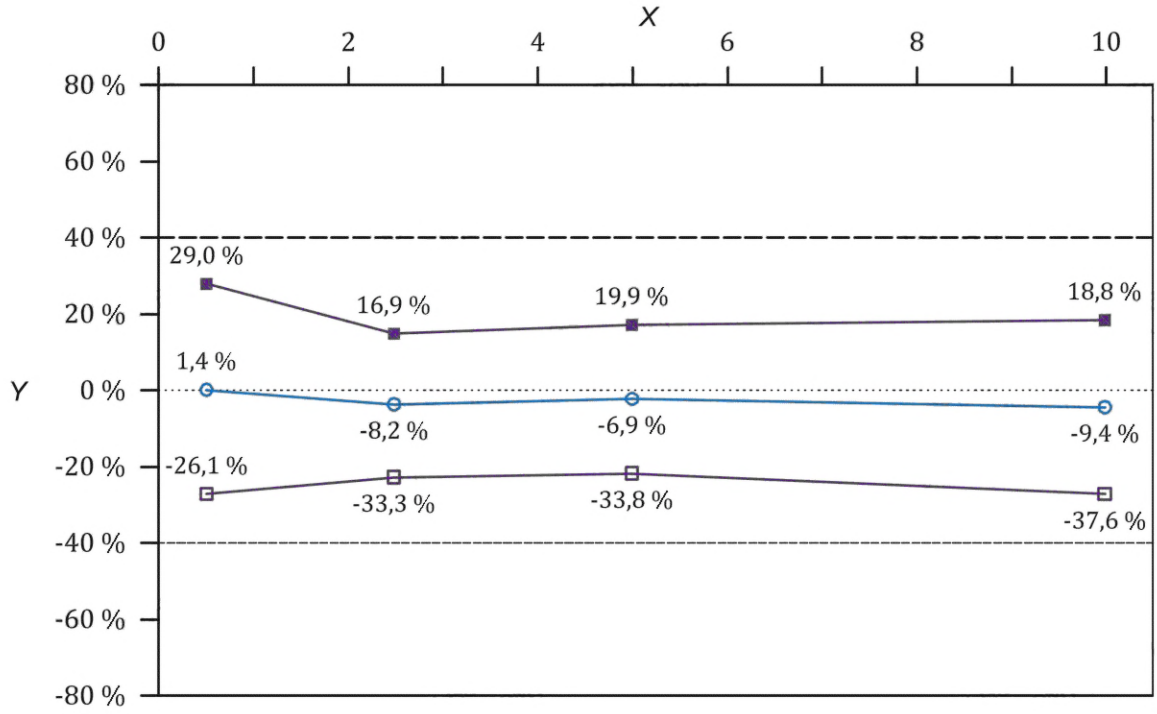
нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.5 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации кадмия в диапазоне от 0,5 до 23 мг/кг



X концентрация сурьмы, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

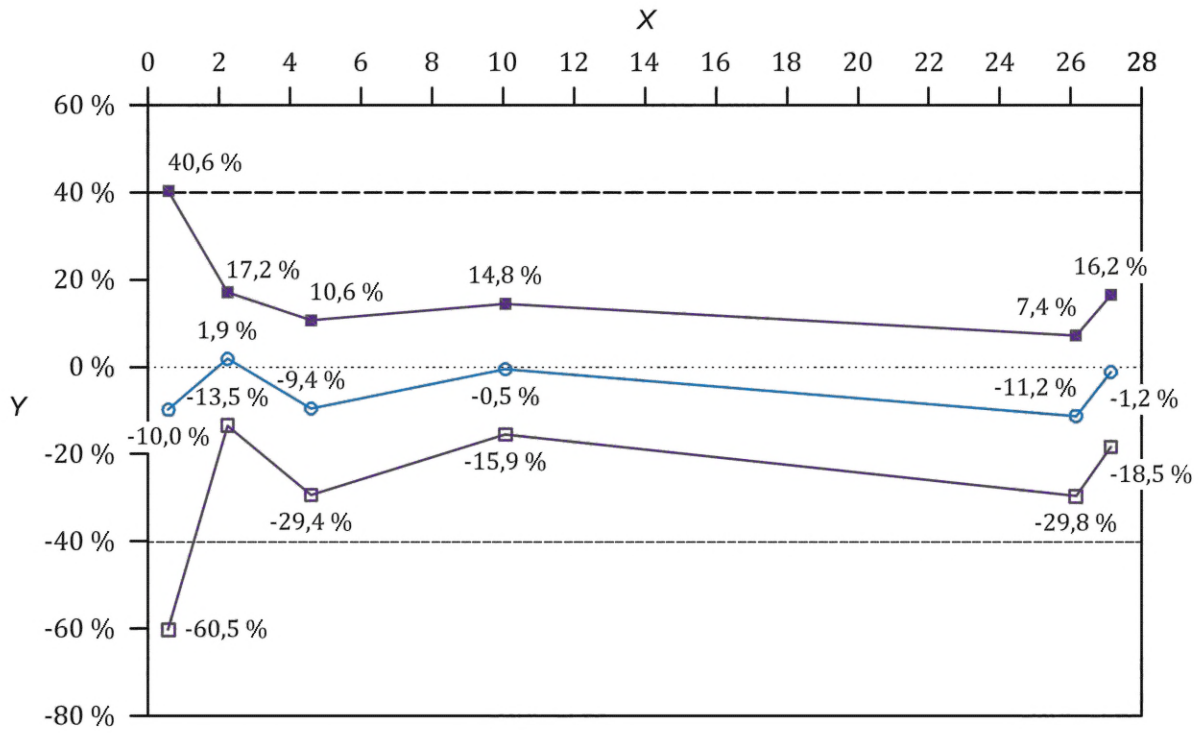
нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.6 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации сурьмы в диапазоне от 0,5 до 10 мг/кг



X концентрация свинца, мг/кг;

Y степень извлечения, %;

относительная верхняя граница толерантного интервала;

средняя степень извлечения, %;

нижняя граница приемочного интервала;

относительная нижняя граница толерантного интервала;

верхняя граница приемочного интервала;

нулевой уровень

Рисунок А.7 — Профиль точности для валидации метода определения концентрации свинца в диапазоне от 1,3 до 27,1 мг/кг

Приложение В
(справочное)

Оценивание метода с применением статистического подхода согласно ISO 5725

Примечание — По причине того, что описанные ниже межлабораторные сличения проводились в период, предшествующий разработке настоящего стандарта:

- некоторые из рассматриваемых в настоящем стандарте химических элементов, такие как хром и кобальт, не были включены в межлабораторные сличения;
- результаты, полученные для иных химических элементов (а именно бария) или для матриц, не являющихся парфюмерно-косметической продукцией (а именно, красок для татуажа), изложены в настоящем стандарте на том основании, что они могут представлять интерес для пользователя.

Проведение межлабораторных сличений в соответствии с ISO 5725-2 [1] в 2015 г. подтвердило пригодность метода для анализа содержания таких элементов, как никель, мышьяк, кадмий, сурьма и свинец. В общей сложности исследованию подверглись семь проб продукции (губной помады, краски для татуажа, лосьона для тела, зубной пасты, теней для век и аквагрима), содержащих различные количества химических элементов, перечисленных выше. Две из этих семи проб были отобраны от одной и той же продукции (лосьона для тела), т. е. представляли собой отобранные вслепую пробы для контроля. Для каждой пробы определение содержания соответствующего вещества осуществлялось в двух повторностях, в один и тот же день, в условиях повторяемости. Анализ проводился в течение 3—7 дней после разложения соответствующей пробы. Статистический анализ полученных данных выполнялся с применением статистических подходов согласно 5725-2 [1]. Результаты анализа двух проб лосьона для тела (3 и 6) были, кроме того, подвергнуты статистическому анализу с применением специальных подходов согласно ISO 5725-3 [2], обеспечивающих организацию межлабораторных экспериментов с группировкой.

Статистическая оценка в соответствии с требованиями ISO 5725-2 [1] базируется на основе 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 коэффициента Хорвитца (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 круговых испытаниях, 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 ISO 5725-3 [2]. 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.

Возможность количественного определения содержания сурьмы и кадмия в пробе 7 (аквагрим) была доступна лишь небольшому количеству лабораторий. Данное обстоятельство повлекло за собой необходимость ограничения рабочего диапазона метода. Поскольку для прочих сочетаний проба/элемент, за исключением определения содержания сурьмы в пробе 5 (тени для век), 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 (за исключением определения содержания сурьмы в пробе 5) не превышают 2. Исходя из результатов испытаний на однородность, причиной, повлиявшей на превышение стандартным отклонением воспроизводимости установленного 30 %-ного порога, а HORRAT — значения 2 для определения содержания сурьмы в пробе 5, вероятнее всего, стала именно недостаточная однородность пробы.

Сравнение результатов для двух дублирующих проб лосьона для тела показало, что полученные значения стандартного отклонения воспроизводимости для сурьмы, мышьяка, кадмия и никеля соответствуют фактическим уровням стандартного отклонения в условиях повторяемости.

Межлабораторные испытания проводились в следующих рабочих диапазонах концентрации:

- для никеля — от 1,30 до 30,45 мг/кг;
- для мышьяка — от 0,47 до 8,55 мг/кг;
- для кадмия — от 0,11 до 4,12 мг/кг;
- для сурьмы — от 0,45 до 13,77 мг/кг;
- для свинца — от 0,56 до 17,36 мг/кг,

для следующих матриц парфюмерно-косметической продукции: губная помада — тени для век — аквагрим — лосьон для тела — зубная паста.

Как следует из совокупности полученных данных, метод является пригодным для анализа содержания тяжелых металлов в различных матрицах парфюмерно-косметической продукции в пределах исследуемого диапазона концентраций.

Статистические данные по итогам проведения межлабораторных сличений приведены в таблицах В.1—В.6.

Таблица В.1 — Статистические данные (согласно 5725-2 [1]) при определении содержания никеля в парфюмерно-косметической продукции посредством ИСП-МС

Параметр	Губная помада	Краска для татуажа	Зубная паста	Тени для век	Аквагрим	Лосьон для тела — идентичная отобранная продукция	
	Проба 1	Проба 2	Проба 4	Проба 5[a)]	Проба 7[a)]	Проба 3	Проба 6
Количество лабораторий-участников	10	10	10	7	10	10	10
Количество лабораторий, предоставивших количественные результаты	10	10	10	7	6	10	10
Количество выбросов (по числу лабораторий)	0	2	1	0	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	10	8	9	7	6	10	10
Среднее значение, мг/кг	10,46	5,50	4,87	30,45	1,30	25,81	26,22
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±0,77	±0,27	±0,37	±0,71	±0,09	±0,61	±0,92
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	1,27	0,39	0,56	1,05	0,12	1,15	1,50
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, %	12,13	7,12	11,42	3,46	9,56	4,44	5,73
Предел воспроизводимости R, мг/кг	3,55	1,10	1,56	2,95	0,35	3,21	4,21
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	33,96	19,94	31,97	9,69	26,77	12,42	16,05
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,53	0,12	0,06	0,68	0,07	0,87	0,56
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,rel}$, %	5,05	2,24	1,28	2,23	5,73	3,38	2,13
Предел повторяемости r, мг/кг	1,48	0,35	0,17	1,90	0,21	2,45	1,56
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	14,15	6,28	3,59	6,23	16,05	9,47	5,96
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	11,24	12,38	12,61	9,57	15,38	9,81	9,78
HORRAT	1,08	0,58	0,91	0,36	0,62	0,45	0,59

[a)] Ввиду ограниченного числа лабораторий (<8), которые предоставили количественные значения, определенные показатели прецизионности не отличаются высокой степенью надежности. То есть допустимо предположить, что фактические показатели прецизионности могут составлять только две трети от указанных значений либо, напротив, превышать указанные значения вдвое. В то же время, если значение относительного стандартного отклонения повторяемости сохраняется на уровне менее 30 %, рассматриваемый метод может считаться успешно прошедшим валидацию, даже с учетом этих менее надежных данных о содержании данного химического элемента.

Таблица В.2 — Статистические данные (согласно ISO 5725-2 [1]) при определения содержании мышьяка в парфюмерно-косметической продукции посредством ИСП-МС

Параметр	Губная помада	Краска для татуажа	Зубная паста	Тени для век	Аквагрим	Лосьон для тела — идентичная отобранная продукция	
	Проба 1	Проба 2[a)]	Проба 4[b)]	Проба 5	Проба 7	Проба 3[b)]	Проба 6[b)]
Количество лабораторий-участников	10	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий, предоставивших количественные результаты	8	7	7	10	9	7	7
Количество выбросов (по числу лабораторий)	0	0	0	0	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	8	7	7	10	9	7	7
Среднее значение, мг/кг	2,52	0,471	0,904	8,55	2,21	1,18	1,18
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±0,11	±0,062	±0,058	±0,74	±0,22	±0,07	±0,08
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,16	0,087	0,080	1,21	0,34	0,10	0,11
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, %	6,44	18,45	8,86	14,11	15,19	8,51	912
Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,45	0,244	0,224	3,38	0,94	0,28	0,30
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	18,03	51,66	24,81	39,50	42,54	23,83	25,53
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,08	0,043	0,034	0,44	0,11	0,04	0,04
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	3,03	9,10	3,78	5,11	4,97	3,35	3,11
Предел повторяемости r, мг/кг	0,21	0,120	0,096	1,22	0,31	0,11	0,10
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	8,49	25,49	10,59	14,30	13,92	9,37	8,70
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	13,92	17,91	16,24	11,58	14,19	15,61	15,60
HORRAT	0,46	1,03	0,55	1,22	1,07	0,55	0,58

[a)] Ввиду ограниченного числа лабораторий (<8), которые предоставили количественные результаты, определенные показатели прецизионности не отличаются высокой степенью надежности. То есть допустимо предположить, что фактические показатели прецизионности могут превышать указанные значения вдвое и что значение относительного стандартного отклонения повторяемости могло составлять более 30 %. В этой связи валидация определения содержания рассматриваемого химического элемента может считаться проведенной лишь с оговорками. Показатели прецизионности содержания данного химического элемента приведены исключительно для информации и могут использоваться лишь для приблизительного оценивания результатов измерений.

[b)] Ввиду ограниченного числа лабораторий (<8), которые предоставили количественные результаты, определенные показатели прецизионности не отличаются высокой степенью надежности. То есть допустимо предположить, что фактические показатели прецизионности могли составлять только две трети от указанных значений либо, напротив, превышать указанные значения вдвое. В то же время, если значение относительного стандартного отклонения повторяемости сохраняется на уровне менее 30 %, метод может считаться успешно прошедшим валидацию, даже с учетом этих менее надежных данных о содержании данного химического элемента.

Таблица В.3 — Статистические данные (согласно ISO 5725-2 [1]) при определении содержания кадмия в парфюмерно-косметической продукции посредством ИСП-МС

Параметр	Губная помада	Краска для татуажа	Зубная паста	Тени для век	Аквагрим	Лосьон для тела — идентичная отобранная продукция	
	Проба 1	Проба 2[b)]	Проба 4[b)]	Проба 5[b)]	Проба 7[a)]	Проба 3	Проба 6
Количество лабораторий-участников	10	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий, предоставивших количественные результаты	8	6	7	7	2	10	10
Количество выбросов (по числу лабораторий)	0	0	0	0	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	8	6	7	7	2	10	10
Среднее значение, мг/кг	0,803	0,111	0,174	0,240	—	4,12	4,12
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±0,023	±0,008	±0,011	±0,016	—	±0,08	±0,07
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,037	0,011	0,016	0,025	—	0,15	0,13
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, %	4,60	9,63	9,34	10,24	—	3,61	3,15
Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,103	0,030	0,045	0,069		0,42	0,36
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	12,88	26,97	26,16	28,68	—	10,10	8,82
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,025	0,005	0,011	0,019		0,11	0,09
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	3,09	4,63 %	6,05	7,72	—	2,77	2,22
Предел повторяемости r, мг/кг	0,070	0,014	0,029	0,052		0,32	0,26
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	8,66	12,96	16,95	21,63		7,75	6,20
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	16,53	22,29	20,82	1983		12,93	12,93
HORRAT	0,28	0,43	0,45	0,52	—	0,28	0,24

[a)] Анализ данных не представляется возможным ввиду ограниченного числа количественных результатов определений.

[b)] Ввиду ограниченного числа лабораторий (<8), которые предоставили количественные результаты, показатели прецизионности не отличаются высокой степенью надежности. То есть допустимо предположить, что фактические показатели прецизионности могли составлять только две трети от указанных значений либо, напротив, превышать указанные значения вдвое. В то же время, если значение относительного стандартного отклонения повторяемости сохраняется на уровне менее 30 %, метод может считаться успешно прошедшим валидацию, даже с учетом этих менее надежных данных о содержании данного химического элемента.

Таблица В.4 — Статистические данные (согласно ISO 5725-2 [1]) по результатам определения содержания сурьмы в парфюмерно-косметической продукции посредством ИСП-МС

Параметр	Губная помада	Краска для татуажа	Зубная паста	Тени для век	Аквагрим	Лосьон для тела — идентичная отобранная продукция	
	Проба 1	Проба 2	Проба 4[b]	Проба 5	Проба 7[a]	Проба 3	Проба 6
Количество лабораторий-участников	10	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий, предоставивших количественные результаты	10	9	6	10	4	10	10
Количество выбросов (по числу лабораторий)	1	0	0	0	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	9	9	6	10	4	10	10
Среднее значение, мг/кг	7,31	1,09	0,457	6,59	0,288	13,69	13,77
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±0,35	±0,06	±0,062	±1,60	±0,102	±0,41	±0,41
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,53	0,09	0,079	2,60	/	0,69	0,68
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, %	7,26	8,41	17,32	39,44	/	5,04	4,92
Предел воспроизводимости R, мг/кг	1,48	0,26	0,222	7,27	/	1,93	1,90
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	20,32	23,55	48,51	110,44	/	14,11	13,78
Стандартное отклонение повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	0,13	0,03	0,033	0,80	/	0,33	0,28
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	1,75	3,06	7,21	12,13	/	2,38	2,01
Предел повторяемости r, мг/кг	0,36	0,09	0,092	2,24	/	0,91	0,77
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	4,90	8,56	20,18	33,95	/	6,67	5,63
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	11,86	15,79	18,00	12,05	/	10,79	10,78
HORRAT	0,61	0,53	0,96	3,27	/	0,47	0,46

[a] Анализ данных не представляется возможным ввиду ограниченного числа количественных результатов определений.

[b] Ввиду ограниченного числа лабораторий (<8) определенные показатели прецизионности не отличаются высокой степенью надежности. То есть допустимо предположить, что фактические показатели прецизионности могли превышать указанные значения вдвое и что значение относительного стандартного отклонения повторяемости могло составлять более 30 %. В этой связи валидация определения содержания соответствующего химического элемента может считаться успешно проведенной лишь с оговорками. Показатели прецизионности содержания данного химического элемента приведены исключительно для информации и могут использоваться лишь для приблизительного оценивания результатов измерений.

Таблица В.5 — Статистические данные (согласно ISO 5725-2 [1]) при определении содержания свинца в парфюмерно-косметической продукции посредством ИСП-МС

Параметр	Губная помада	Краска для татуажа	Зубная паста	Тени для век	Аквагрим	Лосьон для тела — идентичная отобранная продукция	
	Проба 1	Проба 2[a)]	Проба 4	Проба 5	Проба 7	Проба 3	Проба 6
Количество лабораторий-участников	10	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий, предоставивших количественные результаты	10	7	9	10	10	10	10
Количество выбросов (по числу лабораторий)	1	0	1	0	0	0	0
Количество лабораторий для определения характеристик	9	7	8	10	10	10	9
Среднее значение, мг/кг	4,45	0,563	1,49	2,21	213	17,13	17,36
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±0,44	±0,035	±0,11	±0,32	±0,38	±0,55	±0,56
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,67	0,051	0,17	0,51	0,61	0,94	1,03
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, %	15,06	9,04	11,11	23,26	28,66	5,51	5,91
Предел воспроизводимости R, мг/кг	1,88	0,143	0,46	1,44	1,71	2,64	2,87
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	42,16	25,30	31,10	65,12	80,24	15,44	16,55
Стандартное отклонение повторяемости $s_{r,rel}$, %	0,12	0,031	0,07	0,08	0,09	0,54	0,73
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,rel}$, %	2,68	5,52	5,01	3,84	4,05	3,16	4,18
Предел повторяемости r, мг/кг	0,33	0,087	0,21	0,24	0,24	1,51	2,03
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	7,50	15,45	14,03	10,76	11,34	8,84	11,72
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	12,78	17,44	15,06	14,20	14,27	10,43	10,41
HORRAT	1,18	0,52	0,74	1,64	2,01	0,53	0,57

[a)] Ввиду ограниченного числа лабораторий (<8), которые предоставили количественные результаты, определенные показатели прецизионности не отличаются высокой степенью надежности. То есть допустимо предположить, что фактические показатели прецизионности могли составлять только две трети от указанных значений либо, напротив, превышать указанные значения вдвое. В то же время, если значение относительного стандартного отклонения повторяемости сохраняется на уровне менее 30 %, метод может считаться успешно прошедшим валидацию, даже с учетом этих менее надежных данных о содержании данного химического элемента.

Таблица В.6 — Статистические данные (согласно ISO 5725-2 [1]) при определении содержания бария в парфюмерно-косметической продукции посредством ИСП-МС

Параметр	Губная помада	Краска для татуажа	Зубная паста	Тени для век	Аквагрим	Лосьон для тела — идентичная отобранная продукция	
	Проба 1[a)]	Проба 2	Проба 4	Проба 5	Проба 7	Проба 3	Проба 6
Количество лабораторий-участников	10	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий, предоставивших количественные результаты	9	10	10	10	10	10	10
Количество выбросов (по числу лабораторий)	1	0	0	1	1	0	1
Количество лабораторий для определения характеристик	8	10	10	9	9	10	9
Среднее значение, мг/кг	20 906	21,35	34,60	66,63	27,08	8,69	8,36
Доверительный интервал, ±, мг/кг	±7 483	±0,87	±0,99	±1,37	±2,04	±0,26	±0,38
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	10 602	1,44	1,71	2,44	3,08	0,46	0,61
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, %	50,71	6,75	4,93	3,66	11,36	5,32	7,27
Предел воспроизводимости R, мг/кг	29 684	4,04	4,78	6,82	8,62	1,29	1,70
Относительное значение предела воспроизводимости R_{rel}, %	141,99	18,91	13,80	10,24	31,81	14,90	20,35
Стандартное отклонение повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	891	0,64	0,95	1,86	0,49	0,28	0,31
Относительное стандартное отклонение повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	4,26	2,99	2,75	2,80	1,82	3,25	3,71
Предел повторяемости r, мг/кг	2496	1,79	2,66	5,22	1,38	0,79	0,87
Относительное значение предела повторяемости r_{rel}, %	11,94	8,36	7,69	7,83	5,08	9,10	10,39
Относительное стандартное отклонение Хорвитца, %	3,58	10,09	9,38	8,50	9,74	11,55	11,62
HORRAT	14,17	0,67	0,53	0,43	1,17	0,46	0,63

[a)] Значение относительного стандартного отклонения повторяемости превышает 30 %. В этой связи валидация определения содержания рассматриваемого химического элемента не может считаться успешно проведенной, а соответствующие значения его содержания не могут быть включены в рабочий диапазон метода.

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 5725-2 [1], 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)

[2] ISO 5725-3[2], 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)

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

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

[5] ISO 17294-1, Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 1: General guidelines (Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Общие требования)

[6] ISO 17294-2 [5], Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes (Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение выбранных элементов, включая изотопы урана)

[7] EN 13805 [6], Foodstuffs — Determination of trace elements — Pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых количеств элементов. Разложение под давлением)

[8] ISO/TS 22176 [7], Cosmetics — Analytical methods — Development of a global approach for validation of quantitative analytical methods (Косметика. Аналитические методы. Разработка глобального подхода к валидации количественных аналитических методов)

[9] EPA SW-846 Test Method 6020B: Inductively Coupled plasma — Mass Spectrometry (Индуктивно связанная плазма. Масс-спектрометрия)

[10] EPA SW-846 Test Method 3051A: Microwave Assisted Acid Digestion of sediments, Sludges, soils, and Oils (Микроволновое кислотное разложение отложений, шлама, грунта и масел)

[11] EPA SW-846 Test Method 3052: Microwave Assisted Acid Digestion of Siliceous and Organically Based Matrices (Микроволновое кислотное разложение кремнийсодержащих и органических матриц)

[12] USP 40-NF35 Chemical Tests/<233> Elemental Impurities (Химические испытания. Элементные примеси)

[13] EP 9.0 2.4.27 Heavy Metals in herbal drugs and herbal drug preparations (Тяжелые металлы в растительном сырье и препаратах растительного происхождения)

[14] EP 9.0 2.2.58 Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой)

[15] JP XVII G1 Physics and Chemistry / General Information/2.63 Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry/ mass spectrometry (Атомно-эмиссионная спектрометрия/масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой)

[16] Prühs N., Schöberl K., Habernegg R., Elementspurenanalytik — Analytik von kosmetischen Mitteln, Deutsche Lebensmittelrundschau, Juni 2017: 254—258 (Анализ следовых количеств химических элементов. Исследования косметических средств)

[17] General Chapter <233> Elemental Impurities — Procedures: 2nd Supplement of USP 35-NF 30 (Элементные примеси. Методики)

---

[1] Принят ГОСТ ИСО 5725-2—2003.

[2] Принят ГОСТ ИСО 5725-3—2003.

[3] Приняты ГОСТ 7870-3—2023 и ГОСТ 7870-5—2023.

[4] Принят ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

[5] Принят ГОСТ 17294-2—2019.

[6] Принят ГОСТ 31671—2012 (EN 13805:2002).

[7] Принят ГОСТ ISO/TS 22176—2023.

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, следовые количества, тяжелые металлы, хром, кобальт, никель, мышьяк, кадмий, сурьма, свинец, метод ИСП-МС

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 14.01.2026. Подписано в печать 16.02.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,65. Уч.-изд. л. 3,86.

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