ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 10130-2016

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

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

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ

Выяўленне і вызначэнне зместу N-нітрозадыэтаноламіну (NDELA) метадам высокаэфектыўнай вадкаснай храматаграфіі (HPLC), пост-калоначным фатолізам і атрыманнем вытворных

(ISO 10130:2009, IDT)

Издание официальное

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 88-П от 25 мая 2016 г.)

За принятие стандарта 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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

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

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

В стандарт внесено следующее редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ГОСТ 1.5-2001.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 августа 2016 г. № 66 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 апреля 2017 г.

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Введение

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

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

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

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

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

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ
Выяўленне і вызначэнне зместу N-нітрозадыэтаноламіну (NDELA) метадам высокаэфектыўнай вадкаснай храматаграфіі (HPLC), пост-калоначным фатолізам і атрыманнем вытворных

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

Дата введения — 2017-04-01

1 Область применения

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

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

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

Данный метод не применяется к матрицам, содержащим окислительные красители.

2 Сущность метода

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

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

Издание официальное

3 Реактивы

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

3.11 Реактив Грисса

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

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

4 Аппаратура

Используются стандартные лабораторные стеклянная посуда и оборудование, а также:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

---

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

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

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

Хроматографическая колонка	
- длина:	150 мм
- внутренний диаметр:	4,6 мм
- размер частиц:	5 мкм
Предколонка	
- длина:	10 мм
- внутренний диаметр:	4,6 мм
- размер частиц:	5 мкм

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

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

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

5 Приготовление и хранение проб

5.1 Общие положения

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

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

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

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

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

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

5.2 Приготовление градуировочных растворов

5.2.1 Основной градуировочный раствор

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

5.2.2 Градуировочный раствор с концентрацией 10 мкг/см^3

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

5.2.3 Рабочие растворы

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

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

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

Таблица 1 — Приготовление рабочих растворов

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

5.3 Приготовление пробы

5.3.1 Общие положения

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

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

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

5.3.2 Твердофазная экстракция (ТФЭ)

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

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

Помещают 5 см^3 подготовленной к ТФЭ пробы сверху катриджа С 18 колонки твердофазной экстракции, первые 3 см^3 раствора отбрасывают. Собирают последующие 2 см^3 (при расходе приблизительно 3,0 см^3/мин) в стеклянные виалы для HPLC.

Фильтруют собранный раствор через соответствующий фильтр (при необходимости).

6 Проведение испытания

6.1 Общие положения

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

6.2 Условия проведения хроматографии

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

6.3 Устройство реакционной системы

Реакционная система состоит из четырех индивидуальных частей:

a) хроматографическая система;

b) реактор пост-колоночного фотолиза;

c) химический реактор;

d) детектор (см. Приложение С).

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

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

7 Обработка результатов

7.1 Калибровочная кривая

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

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

7.2 Условия эксперимента, обуславливающие достоверность измерений

См. [2].

7.3 Вычисление концентрации

Для определения концентрации NDELA в пробе применяют метод внешнего стандарта.

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

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

$$y = ax + b$$

где a — наклон линии регрессии;

b — отрезок, отсекаемый на оси Y;

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

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

$$\rho = (S_F - b)/a$$
$$w = \rho \times V/m$$

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

S_F — площадь пика NDELA, содержащегося в экстракте пробы;

b — отрезок, отсекаемый на оси Y;

a — наклон калибровочной кривой;

m — масса пробы косметической продукции, г;

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

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

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификационные данные испытуемой продукции;

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

d) дату получения пробы лабораторией;

e) дату проведения испытания;

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

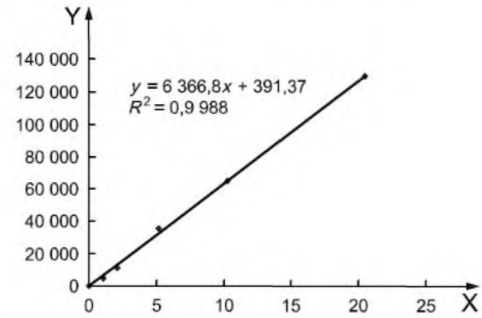
g) метод извлечения;

h) любые особенности, наблюдаемые при испытании;

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

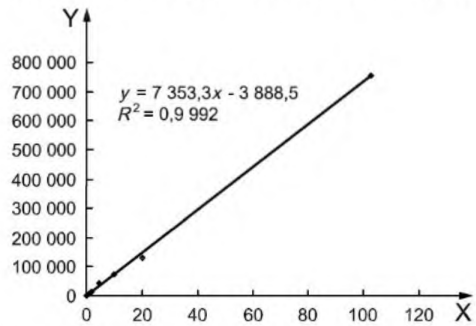
Приложение А
(справочное)

Примеры калибровочных кривых и типичных хроматограмм



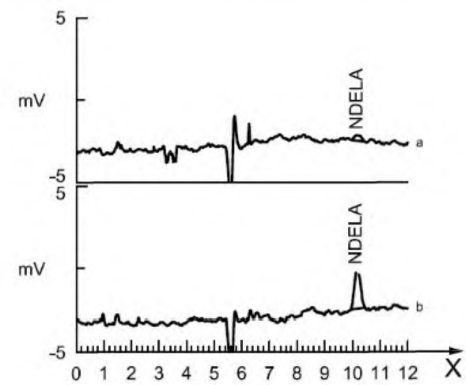
Ось X — концентрация NDELA нг/см^3;
Ось Y — площадь пика NDELA

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



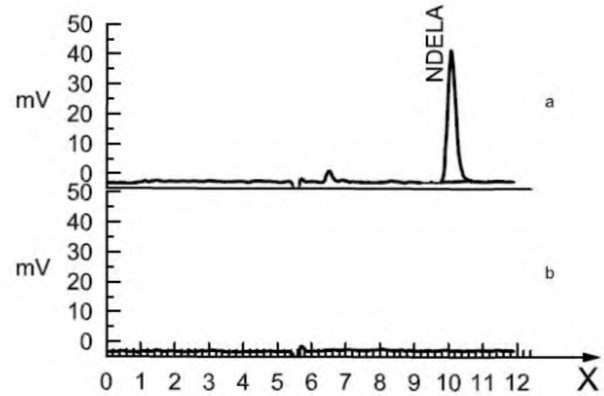
Ось X — концентрация NDELA нг/см^3;
Ось Y — площадь пика NDELA

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



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

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

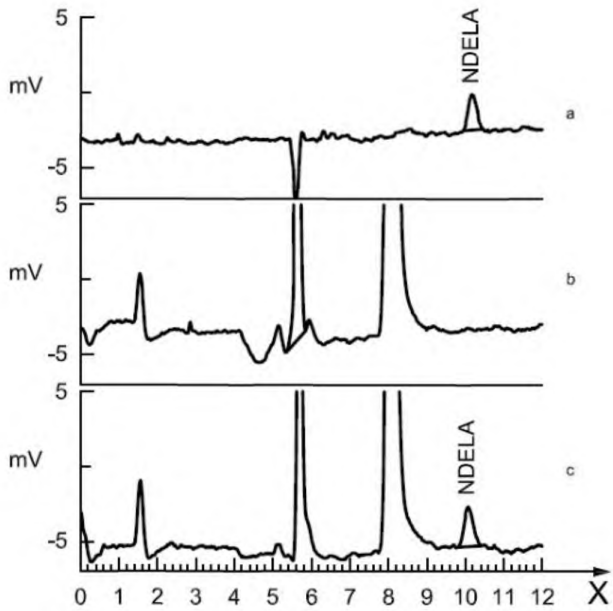


X — время анализа, мин

a — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 100 нг/см^3.

b — хроматограмма стандартного раствора NDELA с концентрацией 100 нг/см^3, не прошедшего стадию фотолиза.

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



X — коэффициент детерминации, R^2, мин

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

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

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

Рисунок А.5 — Примеры трех типичных хроматограм

Приложение В
(справочное)

Фотолиз и реакция нитрита с реактивом Грисса, с образованием азокрасителя

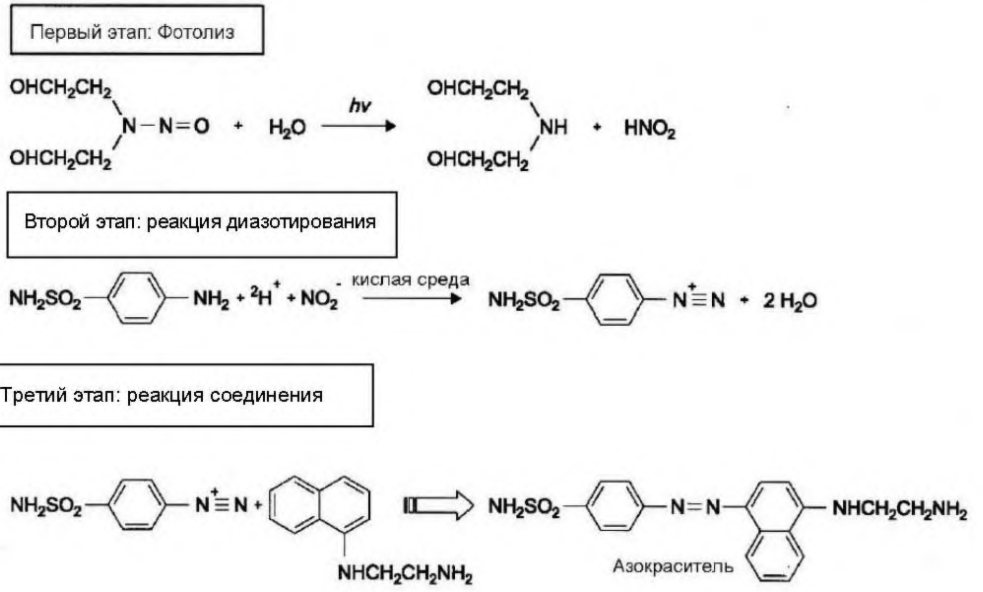
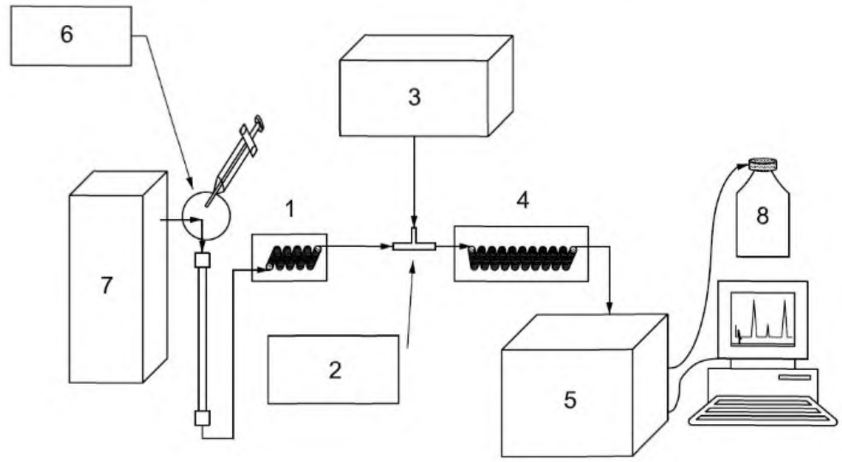


Рисунок В.1 — Фотолиз и химическая реакция

Приложение С
(справочное)

Конфигурация хроматографической системы с пост-колоночным редактором



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

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

Библиография

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

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

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

УДК 665.58.014:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС 75.080 IDT
Ключевые слова: парфюмерно-косметическая продукция, N-нитрозамины, N-нитрозодиэтаноламин, хроматография, масс-спектроскопия

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 12.10.2016. Подписано в печать 26.10.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,09 Уч.-изд. л. 0,71 Тираж 2 экз. Заказ 1947

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru