ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

**ГОСТ EN 16521-2016**

# ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

## Метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии для идентификации и определения 12 фталатов

# ПРАДУКЦЫЯ ПАРФУМЕРНА-КАСМЕТЫЧНАЯ

## Метад газавай храматаграфіі/мас-спектраметрыі для ідэнтыфікацыі і вызначэння 12 фталатаў

**(EN 16521:2014, IDT)**

**Настоящий государственный стандарт ГОСТ EN 16521-2016 идентичен EN 16521:2014 и воспроизведен с разрешения CEN/CENELEC, Avenue Marnix 17, B-1000 Brussels. Все права по использованию европейских стандартов в любой форме и любым способом сохраняются во всем мире за CEN/CENELEC и его национальными членами, и их воспроизведение возможно только при наличии письменного разрешения CEN/CENELEC в лице Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь.**

**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 республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 87-П от 20 апреля 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 |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16521:2014 Cosmetics — Analytical methods — GC/MS method for the identification and assay of 12 phthalates in cosmetic samples ready for analytical injection (Косметика. Аналитические методы. Метод ГХ/МС для идентификации и анализа 12 фталатов в пробах косметической продукции, готовых для аналитического инжектирования).

Европейский стандарт EN 16521:2014 разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 392 «Косметика» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

В стандарт внесено следующее редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5-2001 (подраздел 3.6).

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 14 октября 2016 г. № 79 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 мая 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

Фталаты представляют собой эфиры фталевой кислоты (рисунок 1). Приблизительно 80 % всех промышленно синтезируемых фталатов приходится на так называемые «пластификаторы», придающие пластмассам гибкость без ущерба для их прочности и долговечности. Эти соединения присутствуют также в косметической продукции, такой как парфюмерные изделия и средства гигиены. Некоторые фталаты, в особенности те из них, которые обладают низкой молекулярной массой, добавляются в косметическую продукцию в качестве самостоятельных компонентов, например диэтилфталат (ДЭФ) и диметилфталат (ДМФ) служат растворителями и фиксаторами для парфюмерных композиций [1]–[3], а, кроме того ДЭФ может применяться для денатурации этанол [2], [4]. Таким образом, наличие фталатов в подобной продукции может объясняться целенаправленным добавлением их в процессе производства либо быть следствием их миграции из упаковочных материалов, если применяется пластиковая упаковка. Загрязнителями фталаты могут выступать и в том случае, если они присутствовали в процессе производства или содержались в используемом сырье. В литературе предлагаются несколько методов анализа, предназначенные для определения содержания фталатов в косметической продукции [1], [4]–[12].

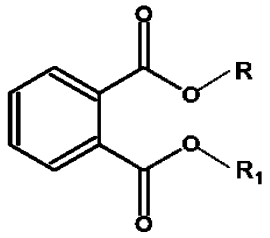



**Рисунок 1 — Эфиры фталевой кислоты**

В настоящем стандарте предлагается использовать метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии (далее — ГХ/МС) для одновременного анализа содержания 12 различных фталатов согласно таблице 1 в пробах косметической продукции, готовых для аналитического инжектирования. Эти хроматографические условия не подходят для количественного определения диизононилфталата (ДИНФ) или диизодецилфталата (ДИДФ). Однако по мнению Научного комитета по потребительским товарам [13] возможное присутствие ДИНФ и ДИДФ в косметической продукции едва ли представляет угрозу для здоровья человека. Метод ГХ/МС, основанный на химической ионизации положительных ионов с применением аммиака в качестве газа для соударений, описан в литературе для определения подобных соединений в косметической продукции [14].

Анализ выполняется на системе ГХ/МС в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ). Разделение фталатов выполняют на капиллярной колонке размерами 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мкм (толщина пленки) с фазой 5 %-фенил/95 %-диметилполисилоксана с использованием градиента температур. Количественное определение фталатов осуществляют с применением метода внутреннего стандарта или путем внесения стандартной добавки. Пробы косметической продукции анализируются непосредственно или после их предварительного разбавления этанолом [15].

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

# ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ
## Метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии для идентификации и анализа 12 фталатов

# ПРАДУКЦЫЯ ПАРФУМЕРНА-КАСМЕТЫЧНАЯ
## Метад газавай храматаграфіі/мас-спектраметрыі для ідэнтыфікацыі і вызначэння 12 фталатаў

Cosmetics
GC/MS method for the identification and assay of 12 phthalates

**Дата введения — 2017-05-01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод ГХ/МС, применяемый для анализа 12 фталатов, содержание 8 из которых регулируется [16]. Данный метод предназначен для исследования проб косметической продукции или сырья для производства косметической продукции, готовых для аналитического инжектирования. После разбавления проб они должны обеспечивать возможность выполнения ГХ-анализа. Данный метод не включает в себя требования по приготовлению проб косметической продукции, прямой ввод которых в газовый хроматограф невозможен.

## 2 Реактивы

Если не указано иное, используют реактивы со степенью чистоты «чистый для анализа».

### 2.1 Определяемые фталаты

Таблица 1 — Определяемые фталаты

| Фталаты | Номер CAS | Изготовитель [b] | Чистота |
|---|---|---|---|
| ДБФ [a] (дибутилфталат) | 84–74–2 | ALDRICH | 97,0 % |
| ДЭГФ [a] (диэтилгексилфталат) | 117–81–7 | ALDRICH | 99,8 % |
| ББФ [a] (бутилбензилфталат) | 85–68–7 | ALDRICH | 97,0 % |
| ДМЭФ [a] (ди(2-метоксиэтил) фталат) | 117–82–8 | ALDRICH | 97,0 % |
| ДнПФ [a] (ди-н-пентилфталат) | 131–18–0 | CIL CLUZEAU | 99,0 % |
| ДиПФ [a] (диизопентилфталат) | 605–50–5 | CIL CLUZEAU | 95,0 % |
| ДПФ [a] (н-пентилизопентилфталат) | 84777–06–0 | CIL CLUZEAU | 95,0 % * |
| ДиБФ [a] (диизобутилфталат) | 84–69–5 | ACROS | 98,0 % |
| ДЦГФ (дициклогексилфталат) | 84–61–7 | ALDRICH | 98,0 % |
| ДЭФ (диэтилфталат) | 84–66–2 | ACROS | 98,0 % |
| ДМФ (диметилфталат) | 131–11–3 | ACROS | 98,0 % |
| ДнОФ (ди-н-октилфталат) | 117–84–0 | ALDRICH | 98,0 % |

[a] Фталаты, содержание которых подлежит регулированию.
[b] Это примеры подходящих серийно выпускаемых продуктов. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не дает оснований рассматривать указанную продукцию в качестве рекомендованной CEN.

* Смешанные изомеры (ДиПФ, ДнПФ и ДПФ).

Издание официальное

**2.2 Этанол**

**2.3 Внутренний стандарт,** в качестве внутреннего стандарта (ISTD) использован 4,4-дибромодифенил 97,0 % производства Fluka [1)].

**2.4 Основной раствор внутреннего стандарта (SM-ISTD),** $c$ = 1000 мкг/мл.

Взвешивают приблизительно 10 мг 4,4-дибромодифенила (2.3) и помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл. Вначале растворяют навеску в небольшом количестве этанола (2.2), а затем этанолом доводят объем раствора до метки. Этот раствор приготавливают ежедневно.

**2.5 Основной раствор фталатов,** $c$ = 500 мкг/мл (SM).

Взвешивают приблизительно по 10 мг каждого из фталатов (2.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл. Вначале растворяют навеску в небольшом количестве этанола (2.2), а затем доливают этанол до метки. В холодильнике этот основной раствор может храниться в течение 2 нед или более.

Примечание — Ввиду малого количества ДиПФ (продается порциями по 10,0 мг) основной раствор данного фталата приготавливают отдельно от остальных. Таким образом, должны быть приготовлены два промежуточных основных раствора SM-1 и SM-2 с концентрацией 1000 мкг/мл. Если SM-1 приготавливают, помещая 10 мг каждого фталата (2.1), за исключением ДиПФ, в мерную колбу вместимостью 10,0 мл, то для приготовления SM-2 взвешивают 5,0 мг ДиПФ (2.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 5,0 мл. Готовый основной раствор SM получают, смешивая равные количества двух стандартных растворов ($c$ = 500 мкг/мл). В холодильнике все эти основные растворы могут храниться в течение 2 нед или более.

**2.6 Калибровочные растворы (стандартные растворы)**

Помещают 1,0 мл основного раствора фталатов SM (2.5) в мерную колбу вместимостью 10,0 мл и доливают этанол (2.2) до метки ($c$ = 50 мкг/мл). Из этого промежуточного раствора (S1) приготавливают по меньшей мере 5 калибровочных растворов, смешивая его с этанолом (2.2), после добавления 100 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD). Значения концентрации калибровочных растворов могут варьироваться от 0,25 до 5,0 мкг/мл с постоянной концентрацией ISTD, равной 10,0 мкг/мл. Эти калибровочные растворы приготавливают непосредственно перед проведением испытаний.

Если пробы косметической (парфюмерной) продукции непосредственно приготавливаются в хроматографической виале вместимостью 1,5 мл согласно 4.2, то в процесс приготовления калибровочных растворов необходимо внести соответствующие изменения: калибровочные растворы в диапазоне концентраций от 0,25 до 5,0 мкг/мл приготавливают без использования внутреннего стандарта, вместо этого 10 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD) добавляют непосредственно в хроматографическую виалу вместимостью 1,5 мл из расчета на 1,0 мл каждого калибровочного раствора. Эти калибровочные растворы приготавливают по мере необходимости непосредственно перед использованием. Виалы встряхивают, затем вводят раствор в хроматограф.

## 3 Инструменты и оборудование

**3.1 Стандартное оборудование лаборатории**

**3.2 Оборудование для газовой хроматографии/масс-спектрометрии.**

**3.3 Газовый хроматограф, оборудованный пламенно-ионизационным детектором (для проверки степени чистоты калибровочных веществ)**

**3.4 Аналитическая колонка**

Подтверждена эффективность использования следующих параметров:

Газохроматографическая колонка с низко летучей неподвижной фазой: 5 %-фенил-95 %-диметилполисилоксан, 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мкм или аналогичная.

## 4 Методика

### 4.1 Чистота определяемых фталатов и внутреннего стандарта

Чистота каждого определяемого фталата и внутреннего стандарта, а также соответствующие процентные доли геометрических изомеров (н-пентилизопентилфталат — ДПФ) подлежат определению при помощи ГХ с пламенно-ионизационным детектором для дальнейших расчетов.

---

[1)] Это пример подходящего серийно выпускаемого продукта. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не дает оснований рассматривать указанную продукцию в качестве рекомендованной CEN.

### 4.2 Подготовка проб

1,0 г пробы косметической продукции, готовой для аналитического инжектирования, помещают в мерную колбу вместимостью 10,0 мл и доводят объем этанолом (2.2) до метки после добавления 100 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD). Полученный раствор вводят в хроматограф. В случае избыточной концентрации фталатов пробу предварительно разбавляют до приемлемого значения. Предел количественного определения с использованием подготовленной таким образом пробы устанавливается равным 5 млн$^{-1}$ (ppm).

Альтернативным способом подготовки пробы косметической продукции является ее приготовление непосредственно в газохроматографической виале вместимостью 1,5 мл. 10 мкл основного раствора внутреннего стандарта (SM-ISTD) добавляют к 1,0 мл пробы косметической (парфюмерной) продукции. Виалы встряхивают, затем вводят раствор в хроматограф. Предел количественного определения с использованием подготовленной таким образом пробы устанавливается равным 0,5 млн$^{-1}$ (ppm). Калибровочные растворы приготавливают, как описано в 2.6.

### 4.3 Условия измерений в газовой хроматографии (ГХ)

При использовании указанного оборудования (3.2) и колонки (3.4) доказана целесообразность применения следующих условий:

Таблица 2 — Программа ГХ/МС

| Оборудование | Газовый хроматограф (ГХ/МС) с масс-селективным детектором. Автоматический пробоотборник | | |
|---|---|---|---|
| Колонка | ГХ колонка с неподвижной фазой: 5 %-фенил-95 %-диметилполисилоксан, 30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм (или аналогичная) | | |
| Программа печи | Скорость изменения температуры | Значение температуры | Продолжительность |
| | | 100 °С | 0 мин |
| | 30 °С/мин | 200 °С | 0 мин |
| | 3 °С/мин | 260 °С | 0 мин |
| | 30 °С/мин | 320 °С | 5 мин |
| Температура инжектора *T* | 300 °С | | |
| Температура интерфейса *T* | 250 °С | | |
| Температура источника *T* | 230 °С | | |
| Время анализа | 30 мин | | |
| Газ/расход | Гелий/1 мл/мин | | |
| Устройство ввода пробы | С делением потока/без деления потока | | |
| Параметры инжектирования: | 1 мкл/постоянное давление, деление потока 1 : 20 | | |
| Режим обнаружения | Квадрупольный | | |
| Режим ионизации | ЭУ (70 эВ) | | |
| Масс-детектирование (полное сканирование/селективный мониторинг ионов) | Идентификация: полное сканирование (масса/заряд от 40 до 350) Количественное определение: селективный мониторинг с использованием 3 специфических ионов | | |
| Внутренний стандарт | 4,4-дибромодифенил | | |
| Калибровочные растворы | Концентрация от 0,25 до 5,0 мкг/мл | | |
| Применяемый растворитель | Этанол (для инжектирования) | | |

Примеры хроматограмм, которые были получены с использованием программы ГХ/МС, описанной в таблице 2, приведены в приложении А (рисунок А.1).

### 4.4 Детектирование

#### 4.4.1 Общие положения

Обнаружение и количественное определение могут выполняться путем оценки масс-спектров отдельных фталатов. Значения относительного удерживания (ОУ), отношения масса/заряд ионов, используемых для количественного определения, а также отношения интенсивности пиков ионов, получаемых на стандартном растворе для каждого фталата, приведены в таблице 3.

#### 4.4.2 МС-детектирование в режиме селективного мониторинга ионов(SIM)

1) от 2,5 мин – ионы 135;163; 194 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
2) от 4,0 мин – ионы 105; 149; 177 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
3) от 5,0 мин – ионы 104; 149; 223 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
4) от 7,0 мин – ионы 59; 104; 149; 205; 223 (минимальное время выдержки 30 мс/ион);
5) от 8,2 мин – ионы 104; 149; 219; 237; 310; 312 (минимальное время выдержки 25 мс/ион);
6) от 10,5 мин – ионы 57; 71; 97 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
7) от 13,0 мин – ионы 91; 149; 206 (минимальное время выдержки 50 мс/ион);
8) от 16,5 мин – ионы 149; 167; 225; 226; 249; 279 (минимальное время выдержки 25 мс/ион);
9) от 20,0 мин – ионы 149; 167; 279 (минимальное время выдержки 50 мс/ион).

Значения времени удерживания для каждой группы должны определяться после ввода в хроматограф.

**Примечание 1 — Корректное минимальное время выдержки на ион для окна SIM, включающего три фрагмента, составляет 50 мс. В случае с 6 ионами может применяться время выдержки из расчета 25 мс/ион. Для приемлемого количественного определения необходимо получить не менее 10 точек на каждый пик.**

**Таблица 3 — Перечень ионов (масса/заряд), используемых для количественного определения, и отношение пиков ионов**

| Наименование соединения | Характеристическое ОУ | Ион 1 (масса/заряд) | Ион 2 (масса/заряд) | Ион 3 (масса/заряд) | Отношение пиков ионов 2/1, % [b] | Отношение пиков ионов 3/1, % [b] |
|---|---|---|---|---|---|---|
| ДМФ | 0,43 | **163** | 194 | 135 | 6 | 6 |
| ДЭФ | 0,52 | **149** | 177 | 105 | 25 | 10 |
| ДиБФ [a] | 0,78 | **149** | 104 | 223 | 5 | 2 |
| ДБФ [a] | 0,91 | **149** | 205 | 223 | 4 | 6 |
| ДМЭФ [a] | 0,96 | **59** | 149 | 104 | 10 | 8 |
| ISTD [c] | 1,00 | **312** | 310 | 314 | 20 | 40 |
| ДиПФ [a] | 1,08 | **149** | 237 | 104 | 7 | 5 |
| ДПФ [a] | 1,15 | **149** | 237 | 219 | 5 | 2 |
| ДнПФ [a] | 1,23 | **149** | 237 | 104 | 6 | 4 |
| ББФ [a] | 1,65 | **149** | 91 | 206 | 70 | 20 |
| ДЦГФ [a] | 2,04 | **149** | 167 | 249 | 30 | 5 |
| ДЭГФ [a] | 2,11 | **149** | 167 | 279 | 50 | 30 |
| ДнОФ [a] | 2,57 | **149** | 279 | 167 | 18 | 3 |

[a] Фталаты, содержание которых подлежит регулированию.
[b] Максимально допустимые значения допуска для относительной интенсивности соответствуют требованиям [17].
[c] ISTD 4,4-дибромодифенил (CAS 92–86–4).

Значения относительного удерживания для каждого фталата должны определяться после ввода в хроматограф стандартного раствора. Время удерживания ISTD (4,4-дибромодифенил) должно быть близко к 8,5 мин. Ионы (масса/заряд), используемые для количественного определения, выделены в таблице жирным шрифтом. Следующие 2 иона (масса/заряд), представленные в таблице, являются характеристическими ионами, которые служат для подтверждения принадлежности соответствующих компонентов пробы. Некоторые фталаты имеют характеристические ионы с очень низкой интенсивностью, что выражается в малой специфичности отношения интенсивности пиков ионов (общая проблема для производных бензола, таких как фталаты).

В зависимости от используемого прибора, отношения интенсивности пиков ионов могут быть рассчитаны независимо от программного обеспечения ГХ/МС по следующей формуле:

Отношение интенсивности пиков ионов (масса/заряд$_{ij}$) = [(площадь (масса/заряд$_i$)/площадь (масса/заряд$_j$)]·100.

Примечание 2 — При проведении анализов в систему регулярно вводят растворитель, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений за счет переноса исследуемого материала.

## 5 Оценка

### 5.1 Идентификация и количественное определение

Идентификацию фталатов выполняют путем сравнения времени удерживания и масс-спектров в пробе с веществами в градуировочных растворах. Количественное определение аналита осуществляют с применением функции калибровки или метода стандартных добавок. Градуировочные растворы хроматографируют в соответствии с условиями, приведенными в 4.2. Значения концентрации фталатов рассчитывают по градуировочной зависимости на основе полученных значений площади пиков. В случае с ДПФ градуировочную зависимость строят для основного изомера. В случае с ДиПФ и ДнПФ учитывают изомеры ДПФ.

### 5.2 Расчеты

Содержание фталатов w в пробе рассчитывают по формуле (1)

$$w = \frac{c \cdot V \cdot F}{m \cdot 10\,000}, \quad (1)$$

где $w$ — содержание фталата, г/100 г;

$c$ — концентрация фталата в растворе пробы, определяемая при помощи функции калибровки, мкг/мл;

$V$ — объем раствора пробы, мл;

$F$ — коэффициент разбавления, если требуется;

$m$ — исходная масса пробы, г.

Примечание — Для справки: данные валидации, используемые в протоколе валидации, были получены с использованием аналитического подхода, описание которого приведено в ISO 12787 и опубликовано в «Журнале хроматографии А», 1253 (2012) 144–153 [15].

## 6 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должна указываться следующая информация:

a) необходимая информация для идентификации пробы (вид, происхождение и обозначение пробы);

b) ссылка на настоящий стандарт;

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

d) дата поступления и дата направления на анализ;

e) дата проведения испытаний;

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

g) сведения о любых отступлениях от настоящего метода, с обоснованием;

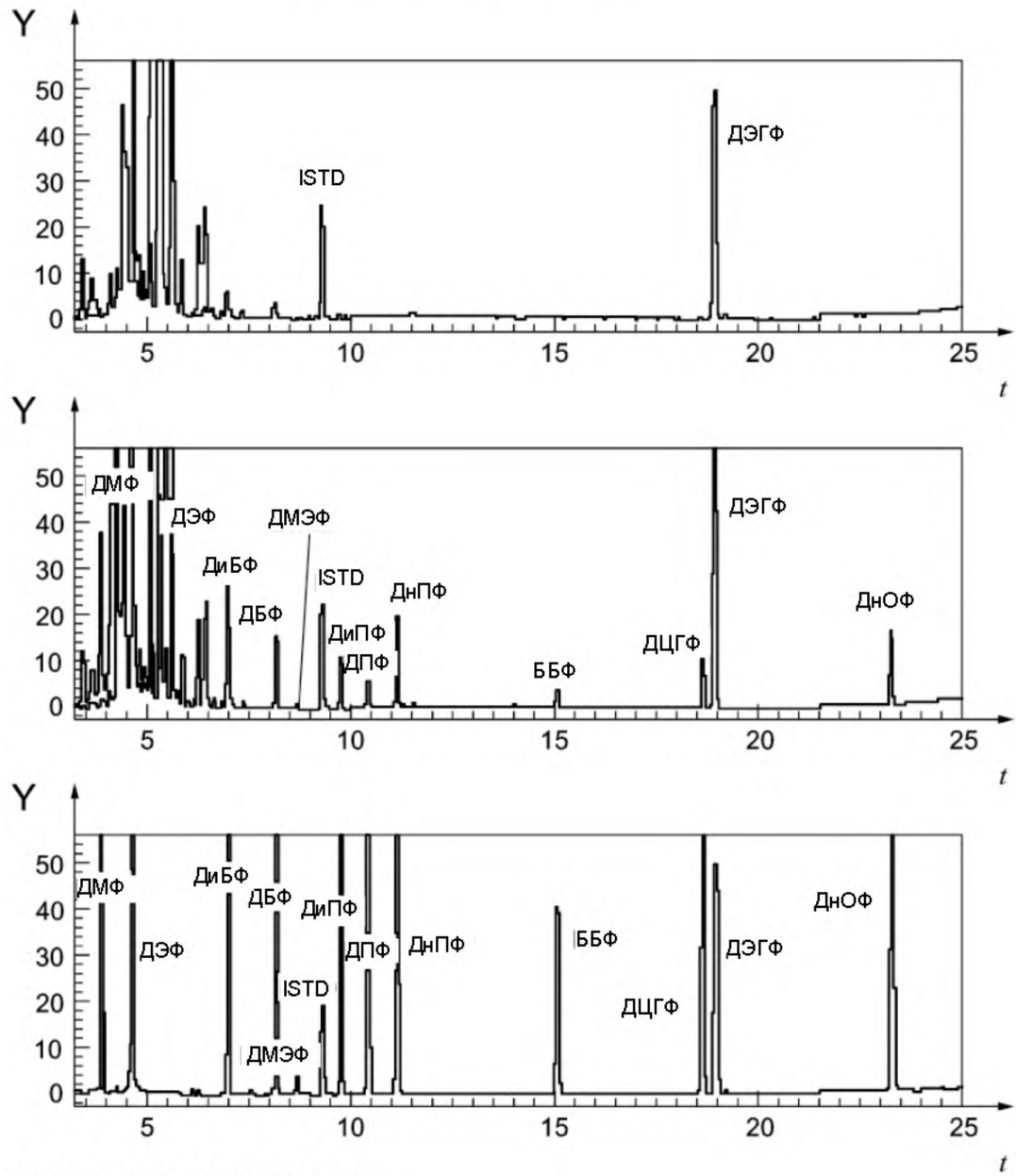
h) сведения о выполнении любых операций, не предусмотренных методом либо рассматриваемых как необязательные, которые могли оказать влияние на полученные результаты;

i) идентификационные данные лаборатории, проводившей испытания;

j) идентификационные данные, дата и подпись лица, ответственного за оформление протокола.

## Приложение А
(справочное)

## Примеры хроматограмм




Верхняя хроматограмма — проба без добавок.
Средняя хроматограмма — проба с добавками.
Нижняя хроматограмма — 5,0 мг/л стандартного раствора.
*Y* — интенсивность (ед.);
*t* — время, мин

Рисунок А.1 — Примеры хроматограмм, которые были получены с использованием программы ГХ/МС, представленной в таблице 2

## Библиография


[1] HUBINGER J.C., HAVERY D.C. Analysis of consumer cosmetic products for phthalate esters. J. Cosmet. Sci. 2006, 57 (2) pp. 127–137
(Анализ потребительской косметической продукции на наличие эфиров фталевой кислоты)

[2] GÓMEZ-HENS A., AGUILAR-CABALLOS M.P. Social and economic interest in the control of phthalic acid esters. Trends Analyt. Chem. 2003, 22 (11) pp. 847–857
(Социально-экономическая целесообразность контроля содержания эфиров фталевой кислоты)

[3] FDA April 19, 2001 Updated March 31, 2005 and February 7, 2008 «Phthalates and Cosmetic Products»
(Фталаты и косметическая продукция)

[4] Godly E.W., Mortlock A.E. The determination of Di-n-alkyl phthalates in cosmetic preparations by gas-liquid chromatography. Analyst (Lond.). 1973, 98 (168) pp. 493–501
(Определение Ди-н-алкилфталатов в косметических препаратах средствами газожидкостной хроматографии)

[5] HUBINGER J.C. A survey of phthalate esters in consumer cosmetic products. J. Cosmet. Sci. 2010, 61 (6) pp. 457–465
(Исследование содержания эфиров фталевой кислоты в потребительской косметической продукции)

[6] SHEN H.Y., JIANG H.L., MAO H.L. et al. Simultaneous determination of seven phthalates and four parabens in cosmetic products using HPLC-DAD and GC-MS methods. J. Sep. Sci. 2007, 30 (1) pp. 48–54
(Параллельное определение содержания семи фталатов и пяти парабенов в косметической продукции с использованием методов ВЭЖХ-ДМД и ГХ-МС)

[7] KOO H.J., LEE B.M. Estimated exposure to phthalates in cosmetics and risk assessment. J. Toxicol. Environ. Health. 2004, 67 pp. 1901–1914
(Предположительное воздействие фталатов, содержащихся в косметической продукции, и оценка сопутствующих рисков)

[8] CHEN H., WANG C., WANG X. et al. Determination of phthalate esters in cosmetics by gas chromatography with flame ionization detection and mass spectroscopic detection. Int. J. Cosmet. Sci. 2005, 27 pp. 205–210
(Определение эфиров фталевой кислоты в косметических изделиях средствами газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором и масс-спектроскопическим детектором)

[9] DE ORSI D., GAGLIARDI L., PORRÀ R. et al. A environmentally friendly reversed-phase liquid chromatography method for phthalates determination in nail cosmetics. Anal. Chim. Acta. 2006, 555 (2) pp. 238–241
(Экологически безопасный метод жидкостной хроматографии с обращенной фазой для определения фталатов в косметической продукции для ногтей)

[10] SU R., ZHAO X., LI Z. et al. Poly(methacrylic acid-co-ethylene glycol dimethacrylate) monolith microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of phthalate esters in cosmetics. Anal. Chim. Acta. 2010, 676 pp. 103–108
(Микроэкстракция поли (метакриловой кислоты этиленгликольдиметилакрилата) монолита в сочетании с высокоэффективной жидкостной хроматографией для определения эфиров фталевой кислоты в косметической продукции)

[11] KAMAREI F., EBRAHIMZADEH H. et al. Optimization of ultrasound-assisted emulsification microextraction with solidification of floating organic droplet followed by high performance liquid chromatography for the analysis of phthalate esters in cosmetic and environmental water samples. Microchem. J. 2011, 99 (1) pp. 26–33
(Оптимизация микроэкстракциии с эмульсификацией ультразвуком путем отверждения плавающих капель органических веществ с последующим применением высокоэффективной жидкостной хроматографии для анализа эфиров фталевой кислоты в образцах косметической продукции и образцах природной воды)

[12] MAHUGO-SANTANA C. et al. Application of new approaches to liquid-phase microextraction for the determination of emerging pollutants. Trends Analyt. Chem. 2011, 30 (5) pp. 731–748
(Применение новых подходов в жидкофазной микроэкстракции для определения возникающих загрязнений)

[13] SCCP/1016/06, Opinion on phthalates in cosmetic products. Scientific Committee on Consumer Products
(Заключение о фталатах в косметической продукции. Научный комитет по потребительским товарам)

[14] GEORGE C., PREST H. 2002. «Determination of phthalate esters by positive chemical ionization MS with retention-time locked GC», LCGC North America 20 (2), gost.e-ecolog.ru
(accessed September 2003)
(Определение эфиров фталиевой кислоты средствами МС с химической ионизацией положительных ионов и ГХ с фиксацией времени удерживания)

[15] GIMENO P., MAGGIO A.F., BOUSQUET C. et al. Analytical method for the identification and assay of 12 phthalates in cosmetic products: Application of the ISO 12787 international standard "Cosmetics-Analytical methods-Validation criteria for analytical results using chromatographic techniques. J. Chromatogr. A. 2012, 1253 pp. 144–153
(Аналитический метод идентификации и анализа 12 фталатов в косметической продукции. Применение международного стандарта ISO 12787 «Косметика. Аналитические методы. Критерии для подтверждения аналитических результатов с использованием хроматографии»)

[16] Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on cosmetic products, OJ L 342, 22.12.2009, p. 59–209, Annex II (entrance 675, 677, 678, 1151 and 1152) and Article 15, with Regulation (EC) 1272/2008, Annex VI and Regulation (EC) 790/2009, Annexes II & V
(Регламент (ЕС) № 1223/2009 Европейского парламента и Совета Европейского союза от 30 ноября 2009 г. «О косметической продукции»)

[17] 2002/657/EC: Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (notified under document number C (2002) 3044), OJ L 221, 17.8.2002, p. 8–36
(Решение Комиссии от 12 августа 2002 г. во исполнение Директивы Совета Европейского союза 96/23/ЕС о применении аналитических методов и толковании результатов)

[18] European Pharmacopoeia 7.0; 5.3 «Statistical analysis of results of biological assays and tests»
(Статистический анализ результатов биологических анализов и испытаний»)

[19] GARRIDO FRENICH A., MARTÍNEZ VIDAL J.L., FERNÁNDEZ MORENO J.L. et al. Compensation for matrix effects in gas chromatography –tandem mass spectrometry using a single point standard addition. J. Chromatogr. A. 2009, 1216 pp. 4798–4808
(Компенсация матричных эффектов в газовой хроматографии: тандемная масс-спектрометрия с использованием одноточечной стандартной добавки)

[20] ANTLER M., JANE MAXWELL E. et al. Online Standard additions Calibration of Transient Signals for Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. Anal. Chem. 2007, 79 pp. 688–694
(Градуировка переходных сигналов по методу стандартных добавок в режиме реального времени для масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой)

[21] J. C. Miller and J. N. Miller «Statistics for Analytical Chemistry», Halsted Press, New York, 117-120 (2nd edition)
(Статистика для аналитической химии)

УДК 665.5.014:543.544.3(083.74)(476) МКС 71.100.70 IDT
Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии, определение фталатов

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 16.11.2016. Подписано в печать 30.11.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,74 Уч.-изд. л. 0,80 Тираж 2 экз. Заказ 2134

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