ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ EN 16344-2016

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ СОЛНЦЕЗАЩИТНАЯ

Качественное определение УФ-фильтров и количественное определение 10 УФ-фильтров методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ СОНЦААХОЎНАЯ

Якаснае вызначэнне УФ-фільтраў і колькаснае вызначэнне 10 УФ-фільтраў метадам высокаэфектыўнай вадкаснай храматаграфіі

(EN 16344:2013, IDT)

Издание официальное

Настоящий государственный стандарт ГОСТ EN 16344-2016 идентичен EN 16344:2013 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.

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 по переписке (протокол № 89-П от 27 июля 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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16344:2013 Cosmetics — Analysis of cosmetic products — Screening for UV-filters in cosmetic products and quantitative determination of 10 UV-filters by HPLC (Косметика. Анализ косметической продукции. Скрининг УФ-фильтров в косметической продукции и количественное определение 10 УФ-фильтров методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC)).

Европейский стандарт 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 государственного стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Редакционные изменения в тексте стандарта выделены курсивом.

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

В настоящем стандарте имеется ссылка на следующее приложение Регламента (ЕС) № 1223/2009 Европейского парламента и Совета от 30 ноября 2009 г. по косметической продукции (далее — Регламент (ЕС) № 1223/2009):

приложение VI — Перечень УФ-фильтров, разрешенных к использованию в косметической продукции.

В техническом регламенте Таможенного союза ТР ТС 009/2011 «О безопасности парфюмерно-косметической продукции», гармонизированном с Регламентом (ЕС) № 1223/2009, перечень УФ-фильтров, разрешенных к использованию в косметической продукции, приведен в приложении 5.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ СОЛНЦЕЗАЩИТНАЯ
Качественное определение УФ-фильтров и количественное определение 10 УФ-фильтров методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ СОНЦААХОЎНАЯ
Якаснае вызначэнне УФ-фільтраў і колькаснае вызначэнне 10 УФ-фільтраў метадам высокаэфектыўнай вадкаснай храматаграфіі

Sunscreen cosmetic products
Qualitative determination of UV filters and quantitative determination of 10 UV filters by high performance liquid chromatography method

Дата введения — 2017-04-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод с использованием обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для обнаружения УФ-фильтров, разрешенных для использования нормативными документами, распространяющимися на косметическую продукцию. Данный метод предназначен также для количественного определения 10 УФ-фильтров, используемых главным образом в косметической солнцезащитной продукции на эмульсионной основе и в виде спрея, для определения их максимальной концентрации, регламентированной нормативными документами, распространяющимися на косметическую продукцию.

Могут использоваться другие аналитические методы качественного и количественного определения УФ-фильтров, если они обеспечивают получение сопоставимых результатов.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **УФ-фильтры** (UV-filters): Органические химические соединения, поглощающие ультрафиолетовые лучи, и неорганические вещества, отражающие, рассеивающие и поглощающие ультрафиолетовые лучи.

Примечание 1 — В настоящем стандарте УФ-фильтрами являются только органические химические соединения, которые используются в косметической солнцезащитной продукции для защиты кожи от УФ-излучения.

3 Сущность метода

УФ-фильтры экстрагируют смесью ацетона и метанола. Для качественного определения упомянутых УФ-фильтров и количественного определения 10 УФ-фильтров используют метод обращенно-фазовой ВЭЖХ с УФ-детектированием. Данный метод может также применяться для количественной оценки других УФ-фильтров после соответствующей валидации.

Для количественного анализа продукции, содержащей следующие УФ-фильтры, необходимо дополнительно провести экстрагирование и определение:

- терефталилидин дикамфорную сульфокислоту (TDSA) и динатрий фенил дибензимидазол тетрасульфонат (DPDT) дополнительно экстрагируют раствором гидроксида натрия в смеси метанола и воды;
- метилен бис-бензотриазолил тетраметилбутилфенол (MBBT) и бис-этилгексилоксифенол метоксифенил триазин (BEMT) дополнительно экстрагируют смесью тетрагидрофурана и ацетона.

В случае получения неудовлетворительной формы пика бутил метоксидибензоилметан (BMDM) дополнительно экстрагируют смесью ацетона, метанола и этилендиаминтетрауксусной кислоты (EDTA).

Количественное определение проводят посредством обращено-фазовой ВЭЖХ с УФ-детектором. УФ-спектры сравнивают со спектрами в базе данных.

Издание официальное

Содержание каждого УФ-фильтра, полученное согласно данному методу, в протоколе испытания записывают в граммах на 100 г.

Данный метод был протестирован при проведении межлабораторных испытаний на конкретных матрицах косметической продукции (см. приложение А). Пользователь должен проверить показатели прецизионности метода в своей лаборатории для каждой другой матрицы и обратить особое внимание на рекомендации по контролю качества.

4 Реактивы

4.1 Общие требования

Если не указано иное, используют только реактивы с аналитической или более высокой степенью чистоты. Используемая вода должна быть дистиллированной или соответствующей ей по чистоте. Под «раствором» следует понимать водный раствор, если не указано иное.

4.2 **Метанол (MeOH)** для ВЭЖХ.

4.3 **Ацетон** для ВЭЖХ.

4.4 **Тетрагидрофуран (THF)** для ВЭЖХ.

4.5 **Раствор аммиака** с массовой долей w = 25 г/100 г.

4.6 **Раствор гидроксида натрия** молярной концентрации c = 1 моль/дм^3.

4.7 **Этилендиаминтетрауксусной кислоты (EDTA) динатриевой соли дигидрат** ($Na_2EDTA{\cdot}2H_2O$), номер CAS: 6381-92-6, содержание основного вещества >99 %).

4.8 **Раствор EDTA**.

Взвешивают 1,8 г $Na_2EDTA \cdot 2H_2O$ (4.7) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют воду до метки.

4.9 **Этанол** для ВЭЖХ.

4.10 **Лаурил триметил аммония бромид** (LTAB, синоним: додецилтриметил аммония бромид. CAS 1119-94-4), при возможности для ВЭЖХ (содержание основного вещества ≥98 %).

4.11 **Бромид аммония** (CAS 12124-97-9) (содержание основного вещества ≥98 %).

4.12 Калибровочные вещества

Таблица 1 — Полярные УФ-фильтры (калибровочный раствор в метаноле)

	EC [a]	Сокращение	Наименование по INCI [b] и другие общепринятые наименования
4.12.1	A2	CBM	Бензалконий метосульфат камфоры, CAS 52793-97-2
4.12.2	A6	PBSA	Фенилбензимидазол сульфоновая кислота (2-фенилбензимидазол-5-сульфоновая кислота), CAS 27503-81-7
4.12.3	A7	TDSA	Терефталиден дикамфор сульфоновая кислота, CAS 90457-82-2, представляет собой соль триэтанол-амина (молекулярная масса m = 860 г/моль), свободную кислоту (молекулярная масса m = 562 г/моль)
4.12.4	A22	B-4/5	Бензофенон-4/5 (2-гидрокси-4-метоксибензофенон-5-сульфоновая кислота, сулисобензон), CAS 4065-45-6
4.12.5	A24	DPDT	Динатрий фенил дибензимидазол тетрасульфонат, CAS 180898-37-7
4.12.6	A28	DHHB	Диэтиламино гидроксибензоил гексил бензоат, CAS 302776-68-7

[a] EC — порядковый номер согласно Регламенту (ЕС) № 1223/2009 (приложение VI) *(ТР ТС 009/2011 (приложение 5))*.

[b] INCI — Международная номенклатура косметических ингредиентов.

Таблица 2 — Среднеполярные УФ-фильтры (калибровочный раствор в смеси метанола и ацетона (1:1))

	EC [a]	Сокращение	Наименование по INCI [b] и другие общепринятые наименования
4.12.7	A4	B-3	Бензофенон-3 (оксибензонум, 2-гидрокси-4-метоксибензофенон), CAS 131-57-7
4.12.8	A10	OC	Октокрилен (2-этилгексил-2-циано-3,3-дифенилакри-лат), CAS 6197-30-4

Окончание таблицы 2

	EC [a]	Сокращение	Наименование по INCI [b] и другие общепринятые наименования
4.12.9	A12	EHMC	Этилгексил метоксициннамат (октилметоксицинна-мат), CAS 5466-77-3
4.12.10	A14	IMC	Изоамил *n*-метоксициннамат, CAS 71617-10-2
4.12.11	A18	MBC	4-метилбензилиден камфора (3-(4-метилбензили-ден)-dl-камфора, CAS 36861-47-9
4.12.12	A19	3-BC	3-бензилиден камфора, CAS 15087-24-8
4.12.13	A21	EHDP	Этилгексил диметил 4-аминобензойной кислоты (2-этилгексил-4-диметил-аминобензоат), CAS 21245-02-3
[a] EC — порядковый номер согласно Регламенту (ЕС) № 1223/2009 (приложение VI) *(ТР ТС 009/2011 (приложение 5))*. [b] INCI — Международная номенклатура косметических ингредиентов.			

Таблица 3 — Неполярные УФ-фильтры (калибровочный раствор в тетрагидрофуране (THF))

	EC [a]	Сокращение	Наименование по INCI [b] и другие общепринятые наименования
4.12.14	A3	HMS	Гомосалат (3,3,5-триметилциклогексилсалицилат), CAS 118-56-9
4.12.15	A8	BMDM	Бутил метоксидибензоилметан (4-трет-бутил-4'-метоксидибензоилметан), CAS 70356-09-1
4.12.16	A15	EHT	Этилгексил триазон (октилтриазон), CAS 88122-99-0
4.12.17	A16	DTS	Дрометризол трисилоксан (2-бензотриазол-2-ил-метилфенол трисилоксан), CAS 155633-54-8
4.12.18	A17	DEBT	Диэтилгексил бутамидо триазон, CAS 154702-15-5
4.12.19	A20	EHS	Этилгексил салицилат (2-этилгексилсалицилат), CAS 118-60-5
4.12.20	A23	MBBT	Метилен бис-бензотриазол тетраметилбутилфенол, CAS 103597-45-1
4.12.21	A25	BEMT	Бис-этилгексилоксифенол метоксифенил триазин (анисо-триазин), CAS 187393-00-6
[a] EC — порядковый номер согласно Регламенту (ЕС) № 1223/2009 (приложение VI) *(ТР ТС 009/2011 (приложение 5))*. [b] INCI — Международная номенклатура косметических ингредиентов.			

Таблица 4 — Другие УФ-фильтры или УФ-поглотители (не указанные в Регламенте (ЕС) № 1223/2009 (приложение VI) *(ТР ТС 009/2011 (приложение 5))*

	EC [a]	Сокращение	Наименование по INCI [b] и другие общепринятые наименования
4.12.22		MA	Метил антранилат, CAS 134-09-8
4.12.23		PABA	4-аминобензойная кислота, CAS 150-13-0
4.12.24		B-1	Бензофенон-1 (2,4-дигидроксибензофенон), CAS 131-56-6
4.12.25		B-2	Бензофенон-2 (2,2'4,4'-тетрагидроксибензофенон), CAS 131-55-5
4.12.26		DPLT	Диметилпабамидопропил лаурдимониум тосилат, CAS 156679-41-3
4.12.27		B-6	Бензофенон-6 (2,2'-дигидрокси-4,4'-диметоксибензо-фенон), CAS 131-54-4
4.12.28		B-8	Бензофенон-8 (2,2'-дигидрокси-4-метоксибензофе-нон, ди-оксибензон), CAS 131-53-3
4.12.29		B-9	Бензофенон-9 (динатрий 3,3'-карбонилбис[4-гидрокси-6-ме-токсибензенсульфонат]), CAS 76656-36-5
4.12.30		B-10	Бензофенон-10 (2-гидрокси-4-метокси-4'-метилбензо-фенон), CAS 1641-17-4

Окончание таблицы 4

	EC [a]	Сокращение	Наименование по INCI [b] и другие общепринятые наименования
4.12.31		SA	Салицилат натрия, CAS 54-21-7

[a] EC — порядковый номер согласно Регламенту (ЕС) № 1223/2009 (приложение VI) *(ТР ТС 009/2011 (приложение 5))*.
[b] INCI — Международная номенклатура косметических ингредиентов.

Примечание — На следующие УФ-фильтры, указанные в Регламенте (ЕС) № 1223/2009 (приложение VI) *(ТР ТС 009/2011 (приложение 5))*, метод настоящего стандарта не распространяется:

- A9: 3-(4'-сульфо)-бензилиден-борнан-2-он, CAS 56039-58-8;
- A11: полимер N-(2(и 4)-(2-оксоборн-3-илиденметил)бензил)акриламида, CAS 113783-61-2 (отсутствует в продаже);
- A13: этоксилированный этил-4-аминобензоат, CAS 116242-27-4 (может быть определен только качественно);
- A26: диметикодиэтилбензалмалонат, CAS 207574-74-1 (не может быть определен по методу настоящего стандарта).

4.13 Растворы для экстракции

4.13.1 **Смесь ацетона и метанола** (для приготовления калибровочных растворов и растворов для экстракции).

Смешивают 500 см^3 ацетона (4.3) и 500 см^3 метанола (4.2) в конической колбе вместимостью 1000 см^3.

4.13.2 **Смесь ацетона и тетрагидрофурана** (для экстракции неполярных УФ-фильтров).

Смешивают 500 см^3 ацетона (4.3) и 500 см^3 тетрагидрофурана (4.2) в конической колбе вместимостью 1000 см^3.

4.13.3 **Раствор гидроксида натрия в смеси метанола и воды** (для экстракции полярных УФ-фильтров).

Смешивают 800 см^3 метанола (4.2), 200 см^3 воды и 10 см^3 раствора гидроксида натрия (4.6) в конической колбе вместимостью 1000 см^3.

4.13.4 **Смесь ацетона, метанола и раствора EDTA** для экстракции из продукции, содержащей BMDM, в случае получения неудовлетворительной формы пика).

Добавляют 1,0 см^3 раствора EDTA (4.8) к 200 см^3 смеси ацетона и метанола (4.13.1) в конической колбе вместимостью 200 см^3. Так как раствор является перенасыщенным в отношении EDTA, его следует использовать в день приготовления.

4.14 Калибровочные растворы

4.14.1 Основные калибровочные растворы

Основные калибровочные растворы приготавливают в соответствии с таблицами 5, 6 и 7. Взвешивают навеску каждого вещества с точностью до 0,1 мг и доводят соответствующим растворителем до указанного объема. Для каждого вещества готовят один основной калибровочный раствор. При определении исходной массы навески следует учитывать чистоту веществ и (при необходимости) доводить концентрацию «активного вещества» до 4 мг/см^3 в каждом случае. Основные калибровочные растворы хранят в течение одного месяца в темном месте в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С.

Таблица 5 — Схема приготовления основных калибровочных растворов полярных УФ-фильтров

Полярный УФ-фильтр	Исходная масса навески, мг	Объем, см^3	Растворитель
CBM (29 %) (4.12.1)	140	10	Метанол (4.2). (Исходная масса: 140 мг, так как используется калибровочный раствор с массовой долей 29 %, что соответствует 40 мг «активного вещества»)
PBSA (4.12.2)	40	10	Добавляют 2 см^3 метанола (4.2) и 3 капли раствора аммиака (4.5). Доводят водой до метки

Окончание таблицы 5

Полярный УФ-фильтр	Исходная масса навески, мг	Объем, $см^3$	Растворитель
TDSA (4.12.3)	60	10	Добавляют 2 $см^3$ метанола (4.2) и 3 капли раствора аммиака (4.5). Доводят водой до метки (исходная масса: 60 мг из-за присутствия соли триэтаноламина; соответствует 40 мг свободной кислоты, см. предельное значение)
B-4/5 (4.12.4)	40	10	Метанол (4.2)
DPDT (4.12.5)	40	10	Добавляют 2 $см^3$ метанола (4.2) и 3 капли раствора аммиака (4.5). Доводят водой до метки
DHHB (4.12.6)	40	10	Метанол (4.2)

Таблица 6 — Схема приготовления основных калибровочных растворов среднеполярных УФ-фильтров

Среднеполярный УФ-фильтр	Исходная масса навески, мг	Объем, $см^3$	Растворитель
B-3 (4.12.7)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)
OC (4.12.8)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)
EHMC (4.12.9)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)
MBC (4.12.11)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)
IMC (4.12.10)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)
3-BC (4.12.12)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)
EHDP (4.12.13)	40	10	Смесь ацетона и метанола (4.13.1)

Таблица 7 — Схема приготовления основных калибровочных растворов неполярных УФ-фильтров

Неполярный УФ-фильтр	Исходная масса навески, мг	Объем, $см^3$	Растворитель
HMS (4.12.14)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
BMDM (4.12.15)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
EHT (4.12.16)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
DTS (4.12.17)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
DEBT (4.12.18)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
EHS (4.12.19)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
MBBT (4.12.20)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)
BEMT (4.12.21)	40	10	Тетрагидрофуран (4.4)

4.14.2 Приготовление основных калибровочных растворов для УФ-фильтров таблицы 4 (УФ-фильтров, не разрешенных нормативными документами)

Основные калибровочные растворы УФ-фильтров B-1, B-2, B-6, B-8, B-10, MA и DPLT можно приготовить, используя в качестве растворителя смесь ацетона и метанола (4.13.1). Растворы PABA и SA готовят с использованием метанола в качестве растворителя. Раствор B-9 готовят в соответствии с процедурой для PBSA (4.12.2). Раствор B-9 имеет желтую окраску, но эксперименты показали, что разрушение вещества не происходит и окраска раствора на результат испытания не влияет.

4.14.3 Калибровочные растворы

Калибровочные растворы готовят по схеме, указанной в таблице 8. Основные калибровочные растворы определенного объема для каждого УФ-фильтра (полярного) (см. таблицу 5), среднеполярного (см. таблицу 6) и неполярного (см. таблицу 7) используют для приготовления калибровочного раствора 1 (Cal 1) и доводят до метки либо метанолом (MeOH), либо смесью ацетона и метанола (MeOH/ацетон), либо тетрагидрофураном (THF). Следующие калибровочные растворы готовят из калибровочного раствора 1 (Cal 1). Их используют в калибровочном диапазоне от 10 до 400 нг. Для испытания вводят пробу объемом 1 $мм^3$. Калибровочные растворы хранят в течение недели в темном месте в холодильнике при температуре от 2 °C до 8 °C.

Таблица 8 — Схема приготовления калибровочных растворов

Калибровочный раствор	Объем, $см^3$	Раствор	До, мл	Растворитель			Концентрация	
				Полярный	Среднеполярный	Неполярный	Раствор, $нг/мм^3$	Проба [a], г/100 г
1	2	Исходный	20	MeOH	MeOH/ацетон	THF	400	10,0
2	5	Cal 1	10	MeOH	MeOH/ацетон	THF	200	5,0
3	2.5	Cal 1	10	MeOH	MeOH/ацетон	THF	100	2,5
4	1	Cal 1	10	MeOH	MeOH/ацетон	THF	40	1,0
5	0,5	Cal 1	10	MeOH	MeOH/ацетон	THF	20	0,5
6	0,5	Cal 1	20	MeOH	MeOH/ацетон	THF	10	0,25
[a] Для исходной массы навески 100 мг.								

Во время проведения испытания калибровочные растворы должны быть защищены от воздействия света.

4.15 Подвижная фаза для высокоэффективной жидкостной хроматографии

4.15.1 Подвижная фаза А: водная фаза

Взвешивают 3,0 г лаурил триметил аммония бромида (LTAB) (4.10), 1,0 г бромида аммония (4.11) и 2,5 $см^3$ раствора EDTA (4.8) в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и добавляют воду до метки.

4.15.2 Подвижная фаза В: органическая фаза

Взвешивают 3,0 г лаурил триметил бромида аммония (LTAB) (4.10), 1,0 г бромида аммония (4.11) в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и добавляют этанол (4.9) до метки.

5 Аппаратура

В дополнение к обычному лабораторному оборудованию требуется следующее:

5.1 **Аналитические весы** с точностью взвешивания до 0,1 мг.

5.2 **Колба Эрленмейера** — коническая колба со стеклянной пробкой вместимостью 50 $см^3$.

5.3 **Лабораторный встряхиватель (шейкер)**.

5.4 **Ультразвуковая баня** с нагревателем, имеющим устройство контроля температуры.

5.5 **Центрифуга** (не менее 2500 g).

5.6 **Мембранный фильтр** для фильтрования пробы, например из PTFE, с размером отверстий 0,2 $мм^3$ [1)].

5.7 **Высокоэффективный жидкостный хроматограф**, состоящий из:

- устройства ввода пробы;
- насосной системы с градиентной функцией;
- дегазатора;
- колоночного термостата;
- фотодиодно-матричного детектора;
- системы обработки информации.

5.8 Аналитическая разделительная колонка

Колонка Kromasil C18, зернением 5 мкм, длиной 125 мм, с внутренним диаметром, например, 2, 3 или 4 мм.

Используют предколонку с неподвижной фазой, аналогичную аналитической разделительной колонке.

6 Отбор проб

Методика отбора проб не является частью метода настоящего стандарта.

[1)] Круговые испытания проводились с использованием фильтров с размером отверстий 0,2 мкм.

7 Проведение испытания

7.1 Приготовление пробы

7.1.1 Стандартное разделение экстракцией

Взвешивают 90–120 мг пробы с точностью до 0,1 мг в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ (5.2), добавляют 25 $см^3$ смеси ацетона и метанола (4.13.1) с помощью градуированной пипетки и энергично встряхивают. Закрывают коническую колбу притертой пробкой и подвергают пробу экстрагированию в течение 15 мин при температуре 50 °С в ультразвуковой бане. После охлаждения (по истечении 20 мин) центрифугируют суспензию в течение 5 мин, если возможно — при ускорении 2500 g. Фильтруют около 1 $см^3$ надосадочной жидкости через мембранный фильтр из PTFE (5.6). Вводят фильтрат в систему высокоэффективной жидкостной хроматографии.

При необходимости массу пробы можно изменять в зависимости от концентрации УФ-фильтра в пробе.

Необходимо следить за тем, чтобы растворитель не испарялся во время экстракции. Для обнаружения потерь растворителя к экстракту пробы добавляют УФ-фильтр бензофенон-10 (4.12.30) в концентрации w = 0,1 мг/$см^3$ в качестве внутреннего стандарта.

7.1.2 Экстракция при качественном определении TDSA, DPDT, BMDM, MBBT и BEMT

Экстракцию проводят согласно 7.1.1; однако для некоторых анализируемых веществ необходимо использовать растворители для экстракции, указанные в таблице 9.

Таблица 9 — Растворители для экстракции некоторых УФ-фильтров

УФ-фильтр	Растворитель
MBBT/BEMT	Смесь ацетона и тетрагидрофурана (4.13.2)
TDSA/DPDT	Раствор гидроксида натрия в смеси метанола и воды (4.13.3)
BMDM	Смесь ацетона, метанола и EDTA (4.13.4)

Во время испытания все растворы проб должны быть защищены от воздействия света.

7.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография

Качественный и количественный анализ проводят посредством обращенно-фазовой ВЭЖХ. Примером наиболее оптимальных рабочих условий ВЭЖХ являются условия, указанные ниже. Условия должны быть адаптированы для используемой аппаратуры, колонок и подвижных фаз:

- объем вводимой пробы: например, 1 $мм^3$;
- температура колонки: (30 ± 1) °С;
- обнаружение: на длинах волн 300 , 350 нм.

УФ-спектральный диапазон: 220–420 нм.

Примечание — При промывании системы ввода пробы смесь ацетона и метанола в соотношении по объему 1:1 (4.13.1) является пригодной для удаления остатков пробы, которые могут наблюдаться, в частности, в случае неполярных УФ-фильтров (MBBT и BEMT).

При использовании систем ВЭЖХ с различным объемом задержки градиент должен быть соответствующим образом скорректирован. Особое внимание должно быть уделено тому, чтобы вещество не вымывалось во время изменения градиента. Это привело бы к недостоверным результатам. В следующих таблицах приведены примеры трех альтернативных градиентных программ (в зависимости от внутренних диаметров колонки).

Таблица 10 — Градиентная программа при использовании колонки с внутренним диаметром 2 мм (система ВЭЖХ с объемом задержки 850 $мм^3$)

Время, мин	Подвижная фаза А (% воды)	Подвижная фаза В (% органического растворителя)	Градиентный поток, $см^3$/мин
0	70	30	0,27
1	35	65	0,27
13	15	85	0,27
14	0	100	0,27
18,6	0	100	0,27
19,4	0	100	0,6

Окончание таблицы 10

Время, мин	Подвижная фаза А (% воды)	Подвижная фаза В (% органического растворителя)	Градиентный поток, $см^3$/мин
21,5	0	100	0,6
22	70	30	0,6
23	70	30	0,6
23,5	70	30	0,27
32	70	30	0,27

Таблица 11 — Градиентная программа при использовании колонки с внутренним диаметром 3 мм (система ВЭЖХ с объемом задержки 850 $мм^3$)

Время, мин	Подвижная фаза А (% воды)	Подвижная фаза В (% органического растворителя)	Градиентный поток, $см^3$/мин
0	70	30	0,50
4,0	35	65	0,50
15,0	15	85	0,50
16,0	0	100	0,50
17,5	0	100	0,50
17,6	0	100	0,90
22,5	0	100	0,90
22,6	70	30	0,50
29,0	70	30	0,50

Таблица 12 — Градиентная программа при использовании колонки с внутренним диаметром 4 мм (система ВЭЖХ с объемом задержки 850 $мм^3$)

Время, мин	Подвижная фаза А (% воды)	Подвижная фаза В (% органического растворителя)	Градиентный поток, $см^3$/мин
0	70	30	0,80
4	35	65	0,80
15	15	85	0,80
16	0	100	0,80
17	0	100	0,80
17,1	0	100	1,2
23	0	100	1,2
23,1	70	30	0,80
29	70	30	0,80

Время от времени колонку можно отсоединять для обратной промывки ацетоном или THF. Если эффективность разделения не является удовлетворительной, предколонку следует заменить.

8 Обработка результатов

8.1 Обработка данных хроматограмм

Площади пиков определяют при длине волны 300 или 350 нм соответственно (см. приложение В).

При необходимости калибровку можно проводить при любой наиболее подходящей длине волны и/или по высоте пика. Распределение пиков на хроматограмме осуществляется в зависимости от времени удерживания и УФ-спектра.

Если форма пика BMDM (4.12.15) не является удовлетворительной, проводят дополнительное экстрагирование смесью ацетона, метанола и EDTA (4.13.4) (см. приложение С).

8.2 Обработка результатов

Количественную оценку выполняют с помощью калибровочной кривой, построенной с использованием значений площади или высоты пика внешних стандартов

$$y = m \cdot x + b, \quad (1)$$

где y — площадь или высота пика внешнего стандарта;

x — концентрация внешнего стандарта;

m — наклон калибровочной кривой;

b — γ-отрезок калибровочной кривой.

Поскольку калибровочной диапазон является относительно большим (коэффициент 40), использование множителя 1/x (или 1/количество) оказалось подходящим для вычисления линии регрессии.

Количество определяемого вещества x, нг, вычисляют по линии регрессии по площади или высоте пика.

Содержание УФ-фильтра в пробе, г/100 г, вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{\frac{x}{InjV} \cdot V \cdot VF}{m \cdot 10} = \frac{x \cdot 2{,}5}{m}, \quad (2)$$

где ω — содержание УФ-фильтра, г/100 г;

x — масса определяемого вещества, полученная по калибровочной кривой, нг;

$InjV$ — объем вводимой пробы, мм^3 (например, 1 мм^3);

m — масса навески пробы, мг;

V — объем экстракта, см^3 (в данном случае 25 см^3);

VF — коэффициент разбавления (применяется только в случае, если проба разбавлена);

10 — коэффициент преобразования (мг/г в г/100 г).

В случае УФ-фильтра октокрилена (ОС — А10) определяют содержание эфира, которое пересчитывают в содержание соответствующей кислоты. Молекулярная масса эфира 361,48 г/моль, молекулярная масса свободной кислоты 249,27 г/моль. Коэффициент пересчета 0,69.

8.3 Выражение результатов

Содержание в протоколе испытаний записывается в граммах на 100 г с округлением до третьего десятичного знака.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) сведения, необходимые для идентификации образца (вид, состав и наименование продукции);

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) наименование лаборатории, проводившей испытание;

d) дату и метод отбора образца (если это известно);

e) дату поступления образца и выдачи результатов испытания;

f) дату проведения испытания;

g) результаты испытания и единицы измерений, в которых они выражены;

h) обоснование отклонений от метода данного стандарта;

i) операции, не указанные в методе или рассматриваемые как дополнительные, которые могли бы повлиять на результаты.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

А.1 Общие положения

Метод настоящего стандарта разработан рабочей группой «Косметика» Немецкой федеральной организации по защите потребителей и безопасности пищевой продукции (BVL) с целью реализации требований раздела 64 Кодекса по пищевым продуктам и кормам (LFGB). Он был протестирован в межлабораторных испытаниях, в которых приняли участие 10 лабораторий.

Показатели прецизионности метода были проверены для следующих УФ-фильтров:

- бис-этилгексилофенол метоксилфенил триазин (BEMT, 4.12.21);
- бутил метоксидибензоилметан (BMDM, 4.12.15);
- диэтилгексил бутамидо триазон (DEBT, 4.12.18);
- дрометризол трисилоксан DTS, 4.12.17);
- этилгексил метоксициннамат (EHMC, 4.12.9);
- этилгексил триазон (EHT, 4.12.16);
- изоамил р-метоксициннамат (IMC, 4.12.10);
- метилен бис-бензотриазол тетраметилбутилфенол (MBBT, 4.12.20);
- октокрилен (OC, 4.12.8);
- терефталиден дикамфор сульфоновая кислота (TDSA, 4.12.3).

Образец 1: солнцезащитное молочко, солнцезащитный фактор 40.

Образец 2: солнцезащитный спрей, солнцезащитный фактор 50.

Образец 3: солнцезащитная продукция (эмульсия типа масло в воде), солнцезащитный фактор неизвестен.

Образцы 1 и 2 имеются в продаже, а образец 3 был приготовлен специально для межлабораторных испытаний.

Любые торговые наименования, упомянутые в настоящем стандарте, или любые описания продукта, касающиеся конкретных поставщиков, приведены только в качестве информации для пользователей настоящим методом, но это не означает, что CEN рекомендует именно этот продукт. Аналогичные продукты могут использоваться при условии, что при испытании будут получены такие же результаты.

А.2 Показатели прецизионности метода

Таблица А.1 — Образец 1 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.1 (смесь ацетона и метанола)

Параметры	BMDM A 08	OC A 10	EHMC A 12	DEBT A 17	BEMT A 25
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	10	10	10	10	9
Количество выбросов	0	0	0	0	1
Номинальное значение, г/100 г	4,80	6,00	1,50	1,30	0,80
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	4,95	6,16	1,64	1,36	0,84
Выход, %	103,1	102,7	109,3	104,6	105,0
Предел повторяемости r, г/100 г	0,24	0,33	0,09	0,07	0,04
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,08	0,12	0,03	0,03	0,01
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	1,8	1,9	2,2	2,0	1,6
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,66	0,90	0,19	0,26	0,20
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,24	0,32	0,07	0,09	0,07
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, г/100 г	4,9	5,4	4,5	7,2	8,7
Коэффициент Хорвитца	1,6	1,8	1,2	1,9	2,1

Таблица А.2 — Образец 1 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.2 (смесь ацетона/тетрагидрофурана)

Параметры	BEMT A 25	BMDM A 08	EHMC A 12	DEBT A 17	MBBT A 23	OC A 10
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	8	8	8	9	9	9
Количество выбросов	2	1	2	1	1	1
Номинальное значение, г/100 г	0,80	4,80	1,50	1,30	2,00	8,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	0,82	4,89	1,63	1,28	2,06	6,00
Выход, %	102,5	101,9	108,7	98,5	103,0	100,0
Предел повторяемости r, г/100 г	0,06	0,16	0,06	0,06	0,09	0,21
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,02	0,06	0,02	0,02	0,03	0,08
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	2,5	1,2	1,3	1,6	1,6	1,3
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,16	0,53	0,12	0,29	0,42	0,48
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,06	0,19	0,04	0,10	0,15	0,17
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, г/100 г	7,1	4,0	2,9	7,9	7,5	0,9
Коэффициент Хорвитца	1,7	1,3	0,8	2,1	2,1	0,9

Таблица А.3 — Образец 1 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.4 (смесь ацетона, метанола и EDTA)

Параметры	BEMT A 25	BMDM A 8	EHMC A 12	DEBT A 17	OC A 10
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9	9	9
Количество выбросов	1	1	1	1	1
Номинальное значение, г/100 г	0,80	4,80	1,50	1,30	6,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	0,85	4,98	1,66	1,36	6,09
Выход, %	106.3	103,8	110,7	104,6	101,5
Предел повторяемости r, г/100 г	0,24	0,33	0,09	0,07	0,04
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,13	0,30	0,10	0,10	0,34
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	5,8	2,2	2,4	2,7	2,0
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,23	0,45	0,17	0,26	0,53
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,08	0,16	0,06	0,09	0,19
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, г/100 г	10,1	3,4	4,1	7,2	3,2
Коэффициент Хорвитца	2,4	1,1	1,1	1,9	0,9

Таблица А.4 — Образец 2 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.1 (смесь ацетона и метанола)

Параметры	BMDM A 08	BEMT A 25	EHMC A 12	DEBT A 17	IMC A 14	OC A 10
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9	9	9	9
Количество выбросов	1	1	1	1	1	1
Номинальное значение, г/100 г	4,8	0,80	3,00	2,00	3,00	9,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	4,86	0,81	3,04	2,00	2,98	8,86
Выход, %	101,3	101,3	101,3	100,0	99,3	98,4

Окончание таблицы А.4

Параметры	BMDM A 08	BEMT A 25	EHMC A 12	DEBT A 17	IMC A 14	OC A 10
Предел повторяемости r, г/100 г	0,18	0,03	0,13	0,08	0,11	0,32
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,07	0,01	0,05	0,03	0,04	0,12
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\mathrm{rel}}$, %	1,4	1,5	1,5	1,4	1,3	1,3
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,71	0,16	0,20	0,34	0,36	0,75
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,25	0,06	0,07	0,12	0,13	0,27
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\mathrm{rel}}$, г/100 г	5,3	7,2	2,4	6,0	4,2	3,0
Коэффициент Хорвитца	1,7	1,8	0,7	1,7	1,3	1,0

Таблица А.5 — Образец 2 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.2 (смесь ацетона/тетрагидрофурана)

Параметры	BEMT A 25	BMDM A 08	EHMC A 12	DEBT A 17	IMC A 14	MBBT A 23	OC A 10
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9	9	9	10	9
Количество выбросов	1	1	1	1	1	0	1
Номинальное значение, г/100 г	0,80	4,8	3,00	2,00	3,00	4,5	9,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	0,81	4,90	3,07	1,97	2,89	4,68	8,93
Выход, %	101,3	102,1	102,3	98,5	96,3	104,0	99,2
Предел повторяемости r, г/100 г	0,06	0,27	0,28	0,08	0,12	0,19	0,35
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,02	0,10	0,10	0,03	0,04	0,07	0,13
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\mathrm{rel}}$, %	2,4	2,0	3,3	1,5	1,4	1,5	1,4
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,13	0,61	0,37	0,23	0,64	1,07	0,93
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,05	0,22	0,13	0,08	0,23	0,38	0,33
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\mathrm{rel}}$, г/100 г	5,9	4,5	4,4	4,1	7,6	8,5	3,7
Коэффициент Хорвитца	1,4	1,4	1,3	1,2	2,2	2,7	1,3

Таблица А.6 — Образец 2 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.4 (смесь ацетона, метанола и EDTA)

Параметры	BEMT A 25	BMDM A 08	DEBT A 17	EHMC A 12	IMC A 14	OC A 10
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9	9	9	9
Количество выбросов	1	1	1	1	1	1
Номинальное значение, г/100 г	0,80	4,8	2,00	3,00	3,00	9,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	0,84	4,94	2,03	3,12	2,93	8,99
Выход, %	105,0	102,9	101,5	104,0	97,7	99,9
Предел повторяемости r, г/100 г	0,06	0,31	0,15	0,20	0,18	0,56
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,02	0,11	0,05	0,07	0,07	0,20

Окончание таблицы А.6

Параметры	BEMT A 25	BMDM A 08	DEBT A 17	EHMC A 12	IMC A 14	OC A 10
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,rel}$, %	2,7	2,3	2,7	2,4	2,2	2,2
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,22	0,60	0,30	0,24	0,65	0,91
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,08	0,22	0,11	0,09	0,23	0,32
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, г/100 г	9,8	4,5	5,3	2,9	7,8	3,6
Коэффициент Хорвитца	2,4	1,4	1,5	0,8	2,3	1,3

Таблица А.7 — Образец 3 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.1 (смесь ацетона и метанола)

Параметры	BMDM A 8	DTS A 16	EHT A 15	OC A 10	TDSA A 7
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9	9	10
Количество выбросов	1	1	1	1	0
Номинальное значение, г/100 г	3,00	6,00	1,20	3,00	3,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	2,97	6,28	1,25	3,03	3,08
Выход, %	99,0	104,7	104,2	101,0	102,8
Предел повторяемости r, г/100 г	0,08	0,18	0,03	0,08	0,10
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,03	0,06	0,01	0,03	0,04
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,rel}$, %	1,0	1,1	1,0	1,0	1,2
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,30	1,01	0,13	0,33	0,27
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,11	0,36	0,05	0,12	0,10
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, г/100 г	3,6	6,0	3,8	4,0	3,2
Коэффициент Хорвитца	1,1	2,0	1,0	1,2	0,9

Таблица А.8 — Образец 3 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.2 (смесь ацетона/тетрагидрофурана)

Параметры	BMDM A 8	DTS A 16	OC A 10
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9
Количество выбросов	1	1	1
Номинальное значение, г/100 г	3,00	6,00	3,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	2,85	6,11	3,03
Выход, %	95,0	101,8	101,0
Предел повторяемости r, г/100 г	0,13	0,28	0,12
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,05	0,10	0,04
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,rel}$, %	1,6	1,7	1,48
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,36	0,75	0,26
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,13	0,27	0,09
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,rel}$, г/100 г	4,3	4,5	3,1
Коэффициент Хорвитца	1,3	1,5	0,9

Таблица А.9 — Образец 3 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.3 (смесь метанола и гидроксида натрия)

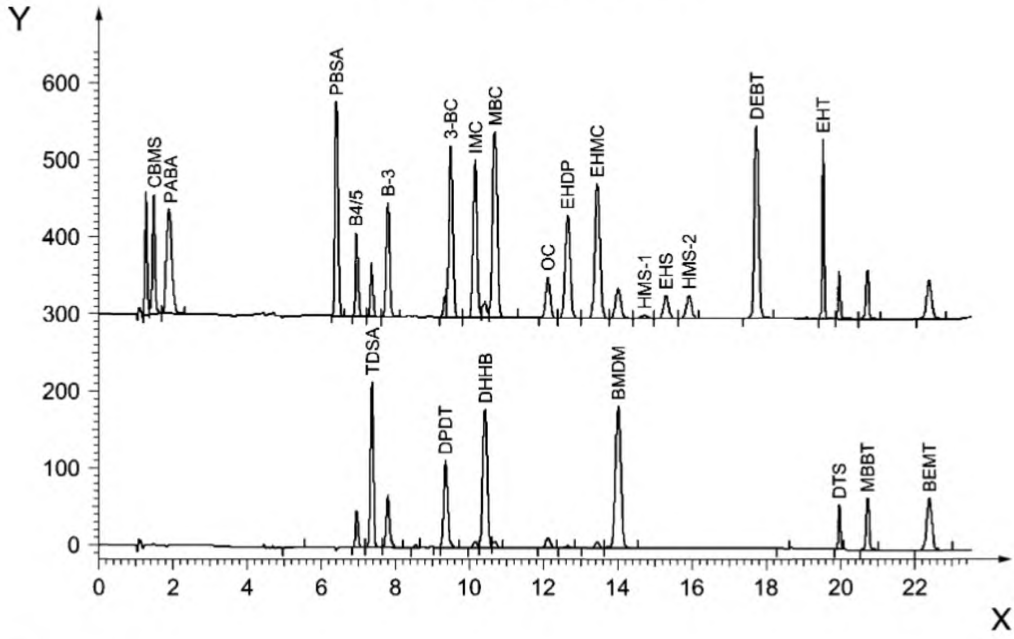
Параметры	TDSA A 7
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9
Количество выбросов	1
Номинальное значение, г/100 г	3,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	3,07
Выход, %	102,2
Предел повторяемости r, г/100 г	0,14
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,05
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	1,6
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,50
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,18
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, г/100 г	5,9
Коэффициент Хорвитца (индекс повторяемости Хорвитца)	1,7

Таблица А.10 — Образец 3 — смесь для экстракции, указанная в 4.13.4 (смесь ацетона, метанола и EDTA)

Параметры	BMDM A 8	DTS A 16	OC A 10	TDSA A 7
Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях	10	10	10	10
Количество лабораторий после исключения выбросов	9	9	9	9
Количество выбросов	1	1	1	1
Номинальное значение, г/100 г	3,00	6,00	3,00	3,00
Среднее значение $\overline{x}$, г/100 г	3,03	6,16	3,08	3,13
Выход, %	101,0	102,7	102,7	104,3
Предел повторяемости r, г/100 г	0,22	0,49	0,14	0,13
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,08	0,18	0,05	0,05
Стандартное отклонение относительной повторяемости $s_{r,\,rel}$, %	2,6	2,9	1,6	1,6
Предел воспроизводимости R, г/100 г	0,30	0,76	0,35	0,37
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,11	0,27	0,12	0,13
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $s_{R,\,rel}$, г/100 г	3,6	4,5	4,1	4,4
Коэффициент Хорвитца (индекс повторяемости Хорвитца)	1,1	1,5	1,2	1,3

Приложение В
(справочное)

Хроматограмма образца 1



X — время, мин;
Y — оптическая плотность, mAU (единицы плотности $\times 10^{-3}$)
Верхняя линия: длина волны детектирования 300 нм.
Нижняя линия: длина волны детектирования: 350 нм.

Рисунок В.1 — Хроматограмма образца 1 при использовании колонки размерами 150 мм × 2 мм

Таблица В.1 — Время удерживания анализируемых веществ в калибровочной смеси

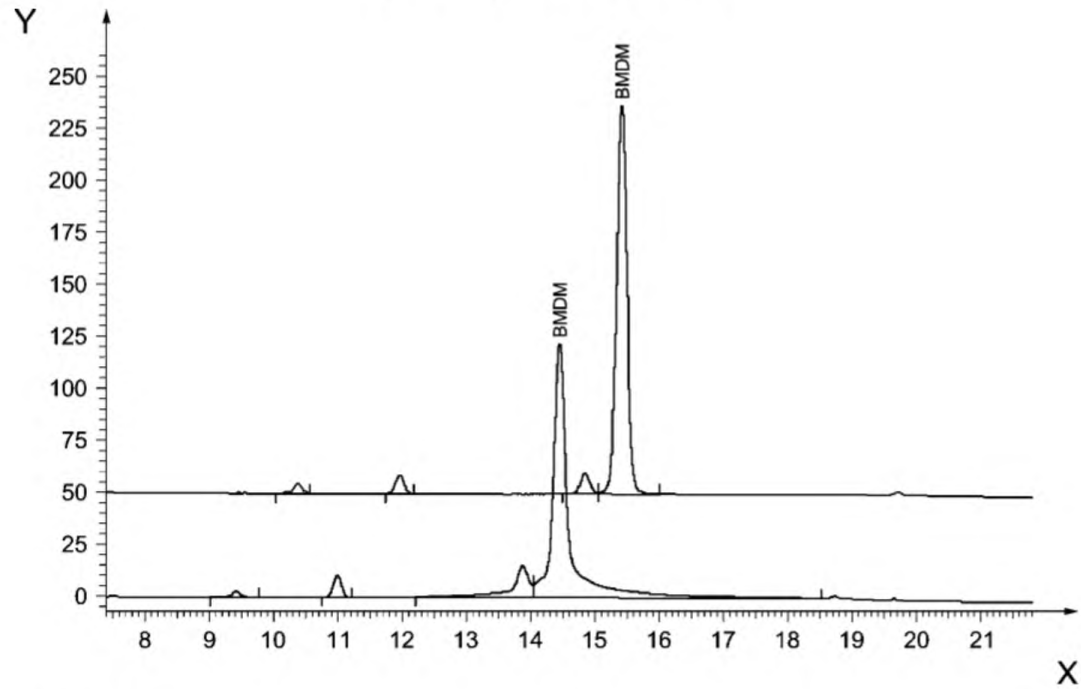
УФ-фильтр	Время удерживания, мин	Длина волны детектирования, нм
Камфоры бензалконий метосульфат	1,4	300
4-аминобензойная кислота	1,9	300
Этоксилированный этил-4-аминобензоат	2.2–4.7	300
Бензофенон-2	5	350
Бензофенон-1	6,3	300
Фенилбензимидазол сульфоновая кислота	6,5	300
Салицилат (применяется только в качестве хлористого натрия)	6,7	300
Бензофенон-8	6,7	300
Бензофенон-4/5	7,1	300
Бензофенон-6	7,3	300
Терефталиден дикамфор сульфоновая кислота	7,5	350
Бензофенон-9	7,7	300
Бензофенон-3	8	300
Бензофенон-10	9,1	300
Динатрий фенил дибензимидазол тетрасульфонат (DPDT)	9,6	350
Бензилиден камфора	9,7	300
Изоамил *p*-метоксициннамат	10,4	300

Окончание таблицы В.1

УФ-фильтр	Время удерживания, мин	Длина волны детектирования, нм
Диэтиламино гидроксибензоиль гексил бензоат,	10,6	350
4-метилбензилиден камфора	10,9	300
Октокрилен	12,4	300
Этилгексил диметил PABA	12,9	300
Ментил антранилат	13,3	350
Этилгексил метоксициннамат	13,8	300
Бутилметокси дибензойлметан	14,3	350
Этилгексил сальцилат	15,7	300
Гомосалат	16,3	300
Диэтилгексил бутамидо триазон	18	300
Этилгексил триазон	19,8	300
Дрометризол тризилоксан	20,1	350
Метилен бис-бензотриазолил тетраметилбутилфенол	20,8	350
Этилгексилоксифенол метоксифенил триазин (BEMT)	22,5	350

Приложение С
(справочное)

Хроматограмма образца 2



X — время, мин;
Y — оптическая плотность, mAU (единицы плотности $\times 10^{-3}$)

Рисунок С.1 — BMDM в основном образце
с (верхняя линия) или без (нижняя линия) добавления EDTA к экстрагирующей смеси

Библиография

[1] Hauri, U., Lutolf, B., Hohl, Ch., 2003. Determination of organic sunscreen filters in cosmetics with HPLC/DAD. Mitt. Lebensm. Hyg., 94, 80–92
(Определение органических солнцезащитных фильтров в косметике с ВЭЖХ/DAD)

УДК 665.584.014:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС 71.100.70 IDT
Ключевые слова: продукция косметическая

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 26.10.2016. Подписано в печать 09.11.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,79 Уч.-изд. л. 1,07 Тираж 2 экз. Заказ 2005

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