



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 16343—
2016

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Определение содержания 3-йодо-
2-пропинилбутилкарбамата (IPBC)
методами жидкостной хроматографии и
масс-спектрометрии

НИФСыТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

(EN 16343:2013, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 12518

28 июля 2016 г.



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 результатам голосования (протокол от 27 июля 2016 г. №89-П)

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 16343:2013 Cosmetics — Analysis of cosmetic products — Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) in cosmetic preparations, LC-MS methods (Косметика. Анализ косметической продукции. Определение 3-йод-2-пропинил бутилкарбамата (ИПБК) в косметических средствах. Методы жидкостной хроматографии с массовой спектрометрией).

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).

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 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.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ
Определение содержания 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC)
методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии

Cosmetic products
Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) by liquid chromatography
and mass spectroscopy methods

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC), используемого в косметической продукции в качестве консерванта, при его содержании диапазоне от 0,005 до 0,1 г/100 г.

2 Сущность метода

IPBC экстрагируют из косметической продукции, используя метанол. IPBC, присутствующий в экстракте пробы, отделяют методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с масс-селективным детектированием (LC-MS) или жидкостной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией (LC-MS/MS). Количественное определение IPBC осуществляют методом калибровки с использованием внешнего стандарта или методом стандартных добавок.

3 Реактивы**3.1 Общие требования**

Если не указано иное, используют только реактивы аналитической или более высокой степени чистоты; используемая вода должна быть дистиллированной или соответствующей ей по чистоте. «Раствором» следует считать водный раствор, если не указано иное.

3.2 **Йодопропинилбутилкарбамат**, номер CAS: 55406-53-6 (поставщик: Sigma-Aldrich ¹⁾ (521949), Dr. Ehrenstorfer GmbH ¹⁾ (C 14335000)).

3.3 **Метанол** для ВЭЖХ, номер CAS: 67-56-1.

3.4 **Муравьиная кислота**, номер CAS: 64-18-6.

3.5 **Тetraгидрофуран (THF)**, номер CAS: 109-99-9.

3.6 **Пропан-2-ол**, номер CAS: 67-63-0.

3.7 Подвижные фазы (элюенты)

3.7.1 **Элюент А**: 1 см³ муравьиной кислоты (3.4) смешивают с 1000 см³ воды.

3.7.2 **Элюент В**: метанол (3.3).

3.8 **Основной раствор IPBC** концентрацией $c = 1$ мг/см³.

Взвешивают приблизительно 0,05 г IPBC (3.2) в мерную колбу вместимостью 50 см³. Вначале разбавляют небольшим количеством метанола (3.3), затем добавляют метанол до метки. Срок хранения раствора в холодильной камере 8 нед.

3.9 Калибровочные растворы (стандартные растворы)

Аликвотную часть основного раствора объемом 5,0 см³ (3.8) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и добавляют метанол (3.3) до метки ($c = 0,1$ или 100 мкг/см³). Из полученного раствора путем разбавления приготавливают 5 или более растворов с концентрацией IPBC от $c = 0,05$ мкг/см³

¹⁾ Пример пригодной продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данной продукции со стороны CEN. Аналогичная продукция может использоваться, если подтверждено, что она обеспечивает получение таких же результатов.

Окончание таблицы 2

до $c = 1,0 \text{ мкг/см}^3$. Срок хранения растворов в холодильной камере 8 нед. Примеры разбавлений приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Калибровочные растворы

| Номер | Калибровочный раствор | Разбавление | Концентрация, мкг/см^3 |
|-------|---|-------------|---------------------------------|
| 3.9 | Аликвотная часть основного раствора объемом $5,0 \text{ см}^3$ по 3.8 разбавляют до 50 см^3 | 1:10 | 100 |
| 3.10 | 10 см^3 раствора по 3.9 разбавляют до 100 см^3 | 1:100 | 10 |
| 3.11 | 10 см^3 раствора по 3.10 разбавляют до 100 см^3 | 1:1000 | 1 |
| 3.12 | 4 см^3 раствора по 3.10 разбавляют до 50 см^3 | 1:1250 | 0,8 |
| 3.13 | 5 см^3 раствора по 3.10 разбавляют до 100 см^3 | 1:1200 | 0,5 |
| 3.14 | 10 см^3 раствора по 3.11 разбавляют до 50 см^3 | 1:5000 | 0,2 |
| 3.15 | 5 см^3 раствора по 3.11 разбавляют до 50 см^3 | 1:10000 | 0,1 |

4 Оборудование

4.1 Стандартное лабораторное оборудование

4.2 **Мембранный фильтр** в виде одноразового шприцевого фильтра с размером отверстий $0,2 \text{ мкм}$ ²⁾.

4.3 **Высокоэффективный жидкостный хроматограф**, пригодный для градиентного элюирования, с масс-детектором.

4.4 **Аналитическая разделительная колонка**, имеющая следующие параметры: фаза RP 18, 5 мкм , $150 \text{ мм} \times 2 \text{ мм}$, Zorbax¹⁾, Spherisorb¹⁾, Phenomenex-Luna¹⁾ или аналогичные. Если используется предколонка, она должна иметь такие же аналитические характеристики, как и разделительная колонка.

5 Проведение испытаний

5.1 Подготовка пробы

Взвешивают 200 мг пробы с точностью до $0,1 \text{ мг}$ в мерную колбу вместимостью 20 см^3 (или вместимостью 50 см^3). Добавляют $1,5 \text{ см}^3$ тетрагидрофурана (3.5) и встряхивают. Добавляют 10 см^3 метанола (3.3) и помещают колбу на 5 мин в ультразвуковую баню при комнатной температуре с целью растворения или суспендирования. Затем охлаждают до комнатной температуры и добавляют до метки метанол (3.3). Раствор пробы разбавляют метанолом (3.3) в соотношении 1:10, фильтруют через мембранный фильтр (4.2), а затем анализируют посредством LC-MS или LC-MS/MS.

Для плохо растворимых или суспендируемых матриц рекомендуется частично растворять пробу путем добавления 2 см^3 пропан-2-ола (3.6) взамен тетрагидрофурана (3.5) или перемешиванием ее с помощью магнитной мешалки в течение 30 мин перед обработкой в ультразвуковой бане.

5.2 Условия жидкостной хроматографии

При использовании хроматографа (4.3) и колонки (4.4) следующие условия являются наиболее подходящими (см. таблицу 2):

Т а б л и ц а 2 — Градиентная программа

| Время, мин | Доля элюента А, % | Доля элюента В, % |
|------------|-------------------|-------------------|
| 0 | 85 | 15 |
| 8 | 10 | 90 |
| 12 | 10 | 90 |
| 13 | 85 | 15 |
| 25 | 85 | 15 |

²⁾ Круговые испытания были проведены с использованием фильтра с размером отверстий $0,2 \text{ мкм}$.