

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

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

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ

Вызначэнне зместу 3-ёда-2-прапінілбутылкарбамату (IPBC)
метадамі вадкаснай храматаграфіі і мас-спектраметрыі

(EN 16343:2013, IDT)

Издание официальное

Настоящий государственный стандарт ГОСТ EN 16343-2016 идентичен EN 16343:2013 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.



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 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 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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

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

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ

Вызначэнне зместу 3-ёда-2-прапінілбутылкарбамату (IPBC) метадамі вадкаснай хромаціграфіі і мас-спектраметрыі

Cosmetic products

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

Дата введения — 2017-04-01

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-Aldrich¹⁾ (521949), Dr. Ehrenstorfer GmbH¹⁾ (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 $c = 1 \text{ мг/см}^3$.

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.

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.

3.9 Калибровочные растворы (стандартные растворы)

Аликвотную часть основного раствора объемом $5,0 \text{ см}^3$ (3.8) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и добавляют метанол (3.3) до метки ($c = 0,1$ или 100 мкг/см^3). Из полученного раствора путем разбавления приготавливают 5 или более растворов с концентрацией IPBC от $c = 0,05 \text{ мкг/см}^3$ 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 |

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

Окончание таблицы 2

| Время, мин | Доля элюента А, % | Доля элюента В, % |
|------------|-------------------|-------------------|
| 13 | 85 | 15 |
| 25 | 85 | 15 |

Колонка: фаза RP 18, 5 мкм, 150 мм × 2 мм.
 Объем впрыскиваемой пробы: 1–10 мкл.
 Скорость потока: 0,2 см³/мин.
 Температура колоночного термостата: 25 °С.

5.3 Обнаружение

5.3.1 Общие требования

Качественное и количественное определение может быть выполнено путем оценки следовых количеств IPBC или фрагментарных ионов. Чтобы избежать заниженных результатов из-за образования аддукта в режиме мониторинга множественных реакций (MRM) метода ионизации электрораспылением (ESI), ионизацию следует проводить химическим методом при атмосферном давлении (APCI).

5.3.2 MS-детектирование в режиме мониторинга селективных ионов (SIM)

Следовые количества: m/z 282 $[M+H]^+$ и m/z 304 $[M+Na]^+$.
 Оценка основывается на полном ионном потоке (из суммы двух масс).

5.3.3 MS-детектирование в режиме мониторинга множественных реакций (MRM)

Положительно заряженный молекулярный ион: 282 $[M+H]^+$.

Фрагментарный ион 1: 57.

Фрагментарный ион 2: 165.

Оценка основывается на наиболее чувствительном фрагментарном ионе.

Поскольку анализируемое вещество может образовывать аддукты с ионами натрия, заниженные результаты можно получить, если большое количество ионов натрия присутствует в пробе. Поэтому при использовании метода ионизации электрораспылением (ESI) для получения достоверных результатов количественного определения необходимо введение стандартной добавки в режиме мониторинга множественных реакций (MRM). При введении стандартной добавки содержание добавленного IPBC не должно превышать предполагаемое содержание его в пробе.

6 Обработка результатов

6.1 Качественное и количественное определение

IPBC определяют путем сравнения времени удерживания пробы с временем удерживания калибровочных растворов.

Количественное определение анализируемого вещества осуществляют на основании калибровочной кривой или с помощью метода стандартной добавки. Калибровочные растворы хроматографируют в условиях, указанных в 5.2. Концентрацию IPBC рассчитывают посредством линейной регрессии на основании полученных площадей пиков.

6.2 Вычисления

Содержание консерванта (IPBC) w , г/100 г, в пробе вычисляют по следующей формуле:

$$w = \frac{c \cdot V \cdot 100 \cdot F}{m \cdot 1000 \cdot 1000} \quad (1)$$

где w — содержание IPBC, г/100 г;

c — концентрация IPBC в растворе пробы, определенная по калибровочной кривой, мкг/см³;

m — исходная масса пробы, г;

V — объем испытуемого раствора пробы, см³;

F — коэффициент разбавления (в случае разбавления).

Результат выражается в граммах на 100 г с округлением до третьего десятичного знака.

7 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- a) сведения, необходимые для идентификации пробы (вид, состав и наименование пробы);
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) наименование лаборатории, проводившей испытание;
- d) дату и метод отбора пробы (если это известно);
- e) дату поступления пробы 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 межлабораторного испытания

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 при проведении межлабораторных испытаний, в которых приняли участие 13 лабораторий.

Следующие статистические данные, представленные в таблице А.1, были определены для крема и геля для душа при проведении межлабораторных испытаний с участием 13 лабораторий, применивших метод внешнего стандарта для количественного анализа.

Т а б л и ц а А.1 — Статистические данные межлабораторных испытаний

| Параметры | Метод LC-MS. Содержание IPBC, г/100 г | |
|--|--|-------|
| | Гель для душа | Крем |
| Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях | 13 | 13 |
| Количество выбросов | 3 | 2 |
| Количество лабораторий после исключения выбросов | 10 | 11 |
| Среднее значение \bar{x} , г/100 г | 0,013 | 0,019 |
| Повторяемость r , г/100 г | 0,003 | 0,003 |
| Стандартное отклонение повторяемости s_r , г/100 г | 0,001 | 0,001 |
| Воспроизводимость R , г/100 г | 0,006 | 0,005 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости s_R , г/100 г | 0,002 | 0,002 |
| Выход, % | 101,4 | 103,7 |

Библиография

- [1] Frauen M., Steinhart H., Rapp C., Hintze U. (2001): Rapid quantification of iodopropynyl butyl-carbamate as the preservative in cosmetic formulations using high-performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry. *J Pharm Biomed Anal.* 25 (5–6):965-70
(Экспресс-метод количественного определения йодопропинабутилкарбоната в качестве консерванта в косметических препаратах с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией)

УДК 665.571.58:543.544.5(083.74)

МКС 71.100.70

IDT

Ключевые слова: косметика, 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамат (IPBC), метод определения, жидкостная хроматография, масс-спектрометрия

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 25.10.2016. Подписано в печать 08.11.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.-изд. л. 0,33 Тираж 2 экз. Заказ 2002

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.