
ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EASCC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ GB/T
32118—
(проект, ВУ,
первая редакция)

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ.

**Определение содержания формальдегида в зубной пасте.
Высокоэффективная жидкостная хроматография.**

**(GB/T 32118-2015, Determination of formaldehyde in toothpaste—High performance
liquid chromatography, IDT)**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации
20__

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 общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «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) на основе перевода на русский язык стандарта на китайском языке, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протоколом от _____ 20__ 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

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту GB/T 32118-2015, «Определение содержания формальдегида в зубной пасте. Высокоэффективная жидкостная хроматография» («Determination of formaldehyde in toothpaste—High performance liquid chromatography», IDT).

Китайский стандарт разработан Shanghai MAXAM Co., Ltd. и утвержден техническим подкомитетом SAC/TC492/SC1.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ
Определение формальдегида в зубной пасте.
Высокоэффективная жидкостная хроматография

Perfume and cosmetic products
Determination of formaldehyde in toothpaste—High performance liquid chromatography

Дата введения _____

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания формальдегида в зубной пасте с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Настоящий стандарт распространяется на определение содержания формальдегида в зубной пасте, содержащей формальдегид и не применяется к зубной пасте, содержащей другие ингредиенты, высвобождающие формальдегид.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный стандарт. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

GB/T6682 Стандарт и методы испытаний воды для аналитических лабораторий¹.

3 Принцип

Растворите зубную пасту в воде, центрифугируйте и разделите. Используйте 2,4-динитрофенилгидразин в качестве дериватизирующего реагента в надосадочной жидкости и нагрейте его для получения производного формальдегида 2,4-динитрофенилгидразона. Используйте высокоэффективную жидкостную хроматографию с УФ-детектором для определения содержания формальдегида в образце рассчитывают по градуировочному графику.

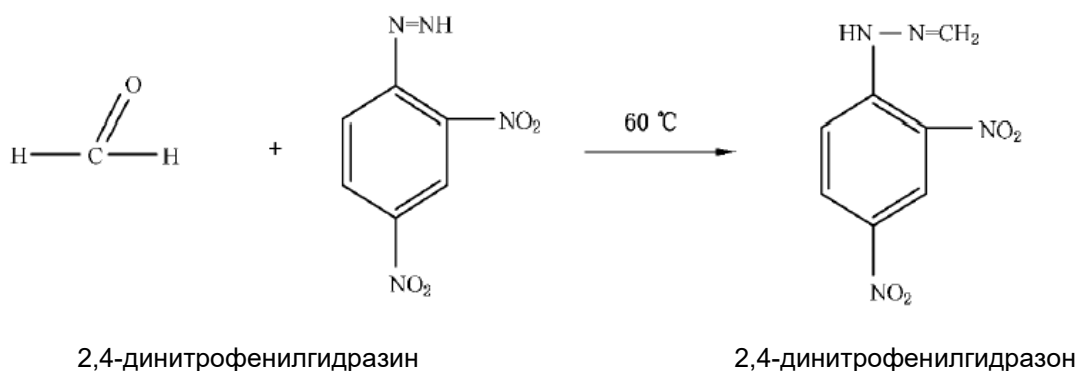


Рис. 1 Уравнение реакции дериватизации формальдегида

Проект, первая редакция

¹ ГОСТ ISO 3696-2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля» (В приложении В GB/T 6682 приведено сравнение требований к воде с требованиями, установленными в ISO 3696:1987. Вода первой степени чистоты используется для аналитических испытаний со строгими требованиями, включая испытания с требованиями к содержанию частиц, например, вода для высокоэффективной жидкостной хроматографии.)

4 Реактивы и материалы

Если не указано иное, все применяемые реактивы должны быть особо чистыми, вода первой степени чистоты согласно стандарту GB/T 6682.

4.1 Ацетонитрил: чистый для хроматографии.

4.2 Стандартный раствор формальдегида (10,0 мг/мл): хранить в запаянной ампуле при температуре выше 10°C. Перед применением температуру ампулы поднимают до комнатной. Ампулу хорошо встряхивают. Рекомендуется использовать однократно либо после вскрытия ампулы необходимо перелить стандартный раствор формальдегида во флакон из стекла коричневого цвета и герметично закрыть, далее хранить при температуре выше 10 °C.

4.3 Уксусная кислота ледяная¹: чистая для анализа.

4.4 Натрия ацетат: чистый для анализа.

4.5 2,4-Динитрофенилгидразин: с содержанием основного вещества не менее 99%.

4.6 Буферный раствор уксусная кислота-натрия ацетат (pH=5,0): взвешивают 2,64 г натрия ацетата, растворяют в соответствующем количестве воды, прибавляют 1,0 мл уксусной кислоты ледяной, водой доводят объем до 500 мл.

4.7 Раствор 2,4-динитрофенилгидразина (0,6 г/л): взвешивают 300 мг 2,4-динитрофенилгидразина, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до 500 мл.

4.8 Стандартный исходный раствор формальдегида: помещают пипеткой 0,5 мл стандартного раствора формальдегида (4.2) в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой, чтобы получить стандартный исходный раствор с концентрацией формальдегида 0,05 мг/мл.

4.9 Стандартный рабочий раствор формальдегида: переносят пипеткой по 0,5 мл, 1 мл, 2 мл, 3 мл, 4 мл, 5 мл стандартного исходного раствора формальдегида (4.8) в отдельные мерные колбы вместимостью 10 мл, доводят до метки водой. Получают стандартные рабочие растворы с концентрациями 2,5 мкг/мл, 5 мкг/мл, 10 мкг/мл, 15 мкг/мл, 20 мкг/мл, 25 мкг/мл соответственно.

4.10 Мелкопористый мембранный фильтр: 0,45 мкм, органическая фаза.

5. Приборы и оборудование

5.1 Высокоэффективный жидкостный хроматограф (ВЭЖХ): с диодно-матричным детектором или УФ-детектором.

5.2 Лабораторные весы: цена деления 0,0001 г.

5.3 Магнитный смеситель.

5.4 Центрифуга.

5.5 Термостатическая водяная баня.

6 Этапы анализа

6.1 Подготовка образцов

Взвешивают 5 г образца зубной пасты (с точностью до 0,0001 г). Навеску количественно переносят в мерную колбу на 100 мл. Доводят водой объем в мерной колбе до 100 мл, перемешивают до однородности и центрифугируют (4000 об/мин) в течение 10 мин. Ровно 2 мл надосадочной жидкости помещают в колOMETрическую пробирку вместимостью 10 мл, прибавляют 3 мл буферного раствора уксусной кислоты и натрия ацетата (pH=5,0) (4.6), после этого доводят объем до метки раствором 2,4-динитрофенилгидразина с концентрацией 0,6 г/л, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Помещают колOMETрическую пробирку на водяную баню с температурой 60°C и проводят дериватизацию, время реакции: 1 час. После завершения реакции перед анализом методом ВЭЖХ образец охлаждают до комнатной температуры, фильтруют через органический мелкопористый мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

¹ ГОСТ 35048-2023 Добавки пищевые. Кислота уксусная ледяная E260. Общие технические условия

6.2 Приготовление стандартных растворов производных формальдегида

Помещают в колOMETрические пробирки вместимостью 10 мл по 2 мл раствора каждой концентрации из серии стандартных рабочих растворов, указанных в пункте 4.9. Добавляют 3 мл буферного раствора уксусной кислоты и натрия ацетата (рН=5,0) (4.6), после этого доводят объем до метки раствором 2,4-динитрофенилгидразина с концентрацией 0,6 г/л, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Помещают колOMETрические пробирки на водяную баню с температурой 60°C и проводят дериватизацию, время реакции: 1 час. После завершения реакции перед анализом методом ВЭЖХ образцы охлаждают до комнатной температуры, фильтруют через органический мелкопористый мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Примечание: стандартный раствор, холостой раствор и раствор образца должны быть дериватизированы одновременно.

6.3 Анализ

6.3.1 Условия хроматографического разделения

- а) Колонка для ВЭЖХ: колонка DionexAcclaim TM120 C18 (3 мкм, 3×150 мм) или аналогичная.
- б) Подвижная фаза: ацетонитрил : вода = 60 : 40 (об/об).
- в) Скорость потока: 1,0 мл/мин.
- г) Температура колонки: 30 °С.
- д) Детектор: ДМД или ультрафиолетовый детектор.
- е) Длина волны детектора: 360 нм.
- ж) Объем вводимой пробы: 20 мкл.

6.3.2 Построение градуировочного графика

Производные ряда рабочих стандартных растворов формальдегида (6.2) вводят в ВЭЖХ хроматограф в порядке возрастания концентрации от низкой до высокой для анализа, график, принимая площадь пика производных формальдегида за ординату, а концентрацию формальдегида в ряде стандартных растворов за абсциссу.

На рисунке А.1 в Приложении А представлена хроматограмма стандартного образца формальдегида, полученная с помощью диодно-матричного детектора.

6.3.3 Количественный анализ

В данном методе для определения содержания формальдегида используется метод градуировки. Раствор образца и холостой раствор реактива вводят в ВЭЖХ хроматограф для анализа. Площадь пика производных формальдегида в растворе пробы сравнивают с градуировочным графиком для количественного определения. Величина реакции исследуемого компонента должна находиться в пределах линейного диапазона.

6.3 Холостой опыт

Соблюдают вышеописанные методики обработки образцов и измерений, за исключением отбора проб.

6.4 Параллельное исследование

Проводят параллельное исследование одного образца в соответствии с вышеуказанными этапами.

7 Вычисления

Содержание формальдегида в образцах рассчитывают с помощью программы обработки хроматографических данных или по формуле (1). Из рассчитанных результатов следует вычесть значение холостой пробы. Результаты выражаются как среднее арифметическое значение результатов параллельных исследований.

$$X = \frac{c \times V \times k \times 1000}{m \times 1000}, \quad (1)$$

где

(проект ВУ, первая редакция)

X — содержание формальдегида в образце в миллиграммах на килограмм (мг/кг);

c — концентрация производных формальдегида в образце в микрограммах на миллилитр (мкг/мл);

V — конечный объем образца в миллилитрах (мл);

k — коэффициент разбавлений;

m — масса образца в граммах (г).

8 Предел обнаружения

Предел обнаружения формальдегида в зубной пасте при использовании данного метода составляет 20 мг/кг.

9 Коэффициент извлечения

Коэффициент извлечения по этому методу находится в диапазоне 95–110%, а относительное стандартное отклонение не превышает 5%.

Приложение А
(справочное)

Хроматограмма стандартного образца формальдегида, полученная с помощью
диодно-матричного детектора

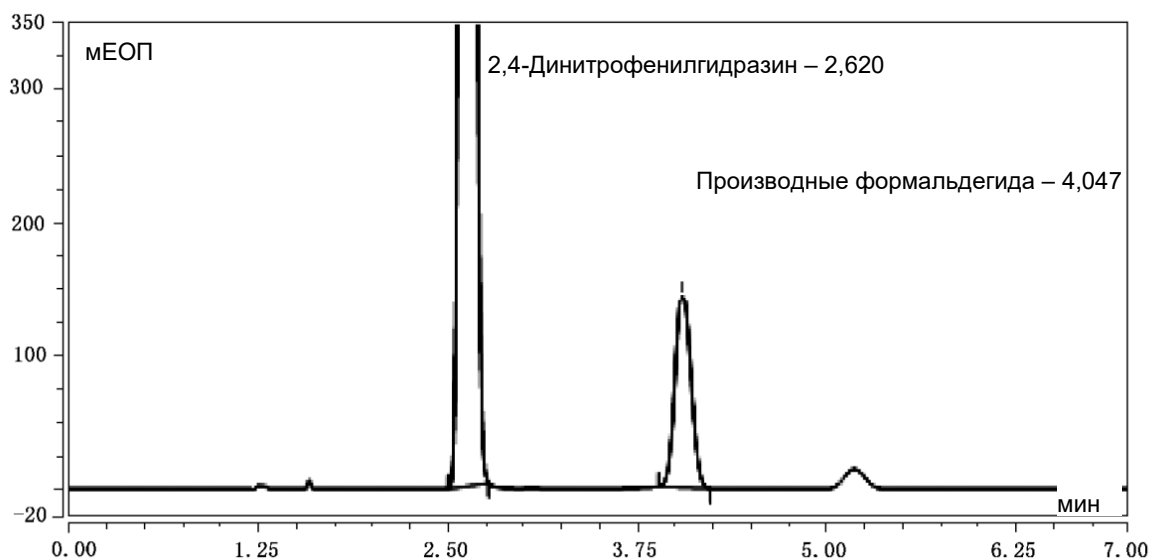


Рис. А.1 Хроматограмма стандартного образца формальдегида, полученная с помощью
диодно-матричного детектора

(проект ВУ, первая редакция)

УДК

МКС 71.100.40

IDT

Ключевые слова: зубная паста, формальдегид, высокоэффективная жидкостная хроматография,

Республиканское унитарное предприятие «Белорусский государственный институт метрологии»

Директор БелГИМ

А. В. Казачок

Заместитель директора

Ю.С. Иванов

Начальник отдела пищевой и
с/х продукции

Н.В. Вощула

Начальник отдела НИОЗТМ, НТП

Р.М. Андросенко

Начальник сектора

В.И. Никитин

Ведущий инженер по стандартизации

Т.В. Королькова