

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)  
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

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

ГОСТ  
ISO/TR 18818—  
2020

ПРОДУКЦИЯ  
ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Аналитические методы.  
Обнаружение и количественное определение  
диэтаноламина методом ГХ/МС

[ISO/TR 18818:2017, Cosmetics — Analytical methods — Detection and quantitative determination of Diethanolamine (DEA) by GC-MS, IDT]

Издание официальное

Москва  
Российский институт стандартизации  
2024

## Предисловие

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 собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 30 января 2020 г. № 126-П)

За принятие 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                                 | ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения |
| Беларусь  | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь  |
| Казахстан   | KZ                                 | Госстандарт Республики Казахстан   |
| Киргизия  | KG                                 | Кыргызстандарт   |
| Россия  | RU                                 | Росстандарт  |
| Таджикистан   | TJ                                 | Таджикстандарт   |
| Узбекистан  | UZ                                 | Узстандарт   |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2023 г. № 1684-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO/TR 18818—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TR 18818:2017 «Косметика. Аналитические методы. Обнаружение и количественное определение диэтаноламина (DEA) с помощью ГХ/МС» [«Cosmetics — Analytical methods — Detection and quantitative determination of Diethanolamine (DEA) by GC-MS», IDT].

Международный документ разработан техническим комитетом ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6)

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 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»

© ISO/TR, 2017

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Введение

Диэтаноламин (DEA) запрещен для использования в парфюмерно-косметической продукции и средствах личной гигиены в целом ряде стран по причине его потенциальной опасности для здоровья человека, так как остаточные количества DEA способны вступать в реакцию с некоторыми другими ингредиентами продукции, что приводит к образованию высококанцерогенного нитрозодиэтаноламина (NDELA). В этой связи важным представляется внедрение гармонизированного метода, который позволял бы осуществлять скрининговый контроль содержания DEA в сырье для производства парфюмерно-косметической продукции.

На сегодняшний день разработано и опубликовано значительное количество методов анализа следовых количеств алканоаминов, в том числе DEA, в матрицах различного типа [1]—[3]. Среди доступных методов анализа алканоаминов основное внимание привлекают к себе методы на основе газовой хроматографии (ГХ) или жидкостной хроматографии (ЖХ) с различными системами детектирования [4], [5]. Более современная методика, основанная на обнаружении методом масс-спектрометрии (МС) в комбинации с хроматографическим разделением, предназначена для определения содержания определяемого вещества в водных растворах с минимальными требованиями к экстрагированию и очистке [6], [7]. В отдельных случаях для улучшения хроматографического разделения и более надежного обнаружения применяется также дериватизация алканоаминов [8], [9].

В настоящем стандарте установлен быстрый и несложный метод, пригодный для качественного и количественного анализа парфюмерно-косметической продукции и сырья для ее изготовления с остаточным содержанием диэтаноламина (DEA), превышающим 0,1 %.

## ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

**Аналитические методы. Обнаружение и количественное определение диэтаноламина методом ГХ/МС**

Cosmetics. Analytical methods. Detection and quantitative determination of diethanolamine by GC-MS

Дата введения — 2025—01—01  
с правом досрочного применения

### 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает скрининговый метод, служащий для оперативного отбора проб и обнаружения диэтаноламина (DEA) в парфюмерно-косметической продукции и сырье, используемом для ее производства, посредством газовой хроматографии с масс-спектрометрией (ГХ-МС).

Данный метод непригоден для обнаружения и/или количественного определения ингредиентов, которые являются родственными DEA. Если метод используется при анализе проб с матрицей неизученного состава, до начала анализа желательно убедиться, что описанные приемы эффективны и обладают достаточной гибкостью для работы с этой матрицей.

При условии соблюдения установленных требований данный метод обеспечивает надежное количественное определение содержания DEA на уровне порядка 1 000 мг/кг (0,1 %).

В то же время анализ проб, имеющих более низкие значения концентрации (<0,1 %) либо иного рода нетипичный состав или характеристики, может быть сопряжен с трудностями (такими как, например, образование размытых пиков), которые препятствуют непосредственному применению данного метода.

### 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте нормативные ссылки отсутствуют.

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте термины с соответствующими определениями отсутствуют.

В целях стандартизации ISO и IEC предоставляют терминологические базы данных по следующим ссылкам:

- онлайн-библиотека стандартов ISO: <http://www.iso.org/obp>;
- электропедия IEC: <http://www.electropedia.org/>

### 4 Сущность метода

Извлечение определяемого вещества из матрицы пробы выполняют путем ультразвуковой экстракции безводным этиловым спиртом. После воздействия ультразвуком экстракт отделяют от нерастворимых соединений, помещая его в центрифугу, обрабатывают безводным сульфатом натрия ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), а затем отфильтровывают. Подготовленный таким образом экстракт может быть использован для обнаружения и количественного определения методом ГХ/МС. Результаты качественного анализа базируются на времени удерживания и подтверждаются посредством масс-спектрометрии. Количе-

ственный анализ при этом осуществляется на основе градуировочной кривой, полученной с использованием внешних стандартов.

## 5 Процедура

### 5.1 Приготовление градуировочных растворов

#### 5.1.1 Основной раствор

Для приготовления основного раствора DEA ( $5\,000\text{ мкг/см}^3$ ) взвешивают около 0,5 г DEA в мерной колбе вместимостью  $100\text{ см}^3$ , растворяют его в этаноле и доводят раствор до метки. Переливают основной стандартный раствор в бутыль с герметичной завинчивающейся крышкой из политетрафторэтилена (PTFE) и хранят в темном месте при температуре около  $4\text{ }^\circ\text{C}$ .

Альтернативой самостоятельному приготовлению такого раствора может быть приобретение готового раствора DEA, сопровождаемого сертификатом.

#### 5.1.2 Стандартный раствор

Приготавливают один промежуточный стандартный раствор с концентрацией  $1\,000\text{ мкг/см}^3$ , отмеривая и перенося пипеткой  $20\text{ см}^3$  основного раствора (см. 5.1.1) в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$  и разбавляя его до метки этанолом. Переливают стандартный раствор в бутыль с герметично завинчивающейся крышкой из политетрафторэтилена (PTFE) и хранят в темном месте при температуре около  $4\text{ }^\circ\text{C}$ .

Несмотря на то что стандартные растворы сохраняют стабильность в течение двух недель, следует с регулярной периодичностью, а также каждый раз перед приготовлением из них градуировочных растворов проверять их на отсутствие признаков изменения качественных характеристик или испарения.

#### 5.1.3 Градуировочные растворы

Приготавливают градуировочные растворы путем последовательных разбавлений промежуточного стандартного раствора (см. 5.1.2), как показано в таблице 1. Помещают 5,0; 4,0; 3,0; 2,0; 1,0 или  $0,5\text{ см}^3$  промежуточного стандартного раствора в мерные колбы вместимостью  $10\text{ см}^3$  и доводят объем содержимого до контрольного уровня, доливая этанол. Такие растворы содержат соответственно 500, 400, 300, 200, 100 или  $50\text{ мкг/см}^3$  DEA в этаноле. Переливают градуировочные растворы в бутылочки с герметично завинчивающейся крышкой из политетрафторэтилена (PTFE) и хранят в темном месте при температуре около  $4\text{ }^\circ\text{C}$ .

Таблица 1 — Приготовление градуировочных растворов

| Градуировочные растворы  | C1 | C2  | C3  | C4  | C5  | C6  | C7  |
|--|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Объем добавляемого промежуточного стандартного раствора/ $\text{см}^3$ | 0  | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 4,0 | 5,0 |
| Конечный объем/ $\text{см}^3$  | 10 | 10  | 10  | 10  | 10  | 10  | 10  |
| Приблизительная концентрация DEA <sup>a)</sup> / $(\text{мкг/см}^3)$   | 0  | 50  | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 |

П р и м е ч а н и е — Градуировочные растворы сохраняют стабильность в течение 1 нед.

<sup>a)</sup> Точное значение концентрации определяется путем вычисления исходя из массы использованного DEA.

## 5.2 Подготовка проб

Взвешивают около 1,0 г пробы в мерной колбе вместимостью  $10\text{ см}^3$ . Добавляют  $5,0\text{ см}^3$  этанола и экстрагируют в течение приблизительно 15 мин, воздействуя на пробу ультразвуком. После этого доводят общий объем до  $10\text{ см}^3$ , добавляя этанол, и обрабатывают смесь в центрифуге при скорости вращения 6 000 об/мин в течение 10 мин. Отбирают надосадочную жидкость в новую пробирку, добавляют 1,5 г безводного сульфата натрия и фильтруют полученный раствор через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм в виалу для анализа.

### 5.3 Анализ

#### 5.3.1 Общие положения

Анализ проб, включая пробы для контроля качества, осуществляют методом ГХ/МС.

#### 5.3.2 Пример параметров оборудования

Объем вводимой пробы — 1 мм<sup>3</sup>, ввод с делением потока, коэффициент деления потока — 30 : 1.

Колонка с неподвижной фазой, содержащей 6 % цианопропилфенила, такая как Agilent J&W DB-624<sup>1)</sup> (длина — 30 м, внутренний диаметр — 0,25 мм, толщина пленки 1,40 мкм), RESTEK (Rx®-5 ms, длина — 30 м, внутренний диаметр — 0,25 мм, размер частиц — 0,25 мкм)<sup>2)</sup> или другого подходящего типа.

Температура колонки — 30 °С/мин до 200 °С (выдержать 5 мин) от 80 °С (выдержать 5 мин), 50 °С/мин до 260 °С (выдержать 2 мин).

Инжектор — 250 °С.

Газ-носитель — гелий, объемная скорость потока около 1 мл/мин.

Температура источника — 180 °С.

Переходная линия — 250 °С.

Энергия электронов — 70 эВ.

Режим сканирования ЭИ-МС — от 28 а. е. м. до 300 а. е. м.

Параметры контролируемых ионов (масса/заряд) приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Ионы DEA, выбранные для контроля

| Обнаружение ионов, <i>m/z</i> | Относительная интенсивность, % от основного пика |
|-------------------------------|--|
| 74                            | 100  |
| 56                            | 50   |
| 45                            | 15   |
| 30                            | 25   |

Примеры см. в приложении А.

#### 5.3.3 Степень обнаружения

При использовании шести (6) градуировочных растворов (см. 5.1.3) и раствора пробы с добавкой анализируемого вещества в количестве от 100 до 500 мкг степень обнаружения DEA должна быть не менее 90 %.

#### 5.3.4 Градуировочная кривая

Получают градуировочную кривую путем построения графика зависимости концентрации DEA (ось X) и площади пиков (ось Y) для характеристического иона (*m/z* 74) в режиме мониторинга выделенных ионов (SIM) (см. рисунок 1), при значениях концентрации раствора пробы, находящихся в линейном диапазоне, с коэффициентом корреляции  $R^2 > 0,990$ . Допускается дополнительное разбавление этанолом в случаях, когда концентрация пробы выходит за пределы диапазона градуировки.

### 5.4 Определение

Концентрация DEA в микрограммах на сантиметр кубический в дальнейшем может быть учтена при вычислениях. Массовую долю *W*, %, вычисляют по формуле (1):

$$W = \frac{c \times V \times D_f}{m \times 10^6} \times 100, \quad (1)$$

<sup>1)</sup> Agilent J&W DB-624 — это торговая марка Agilent Technologies Inc. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не дает оснований рассматривать указанную продукцию в качестве рекомендованной ISO. Использование аналогичной продукции допускается, если может быть доказано, что она обеспечивает получение тех же результатов.

<sup>2)</sup> Rx® column — это торговая марка Restek. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не дает оснований рассматривать указанную продукцию в качестве рекомендованной ISO. Использование аналогичной продукции допускается, если может быть доказано, что она обеспечивает получение тех же результатов.

где  $W$  — содержание DEA (массовая доля), %;

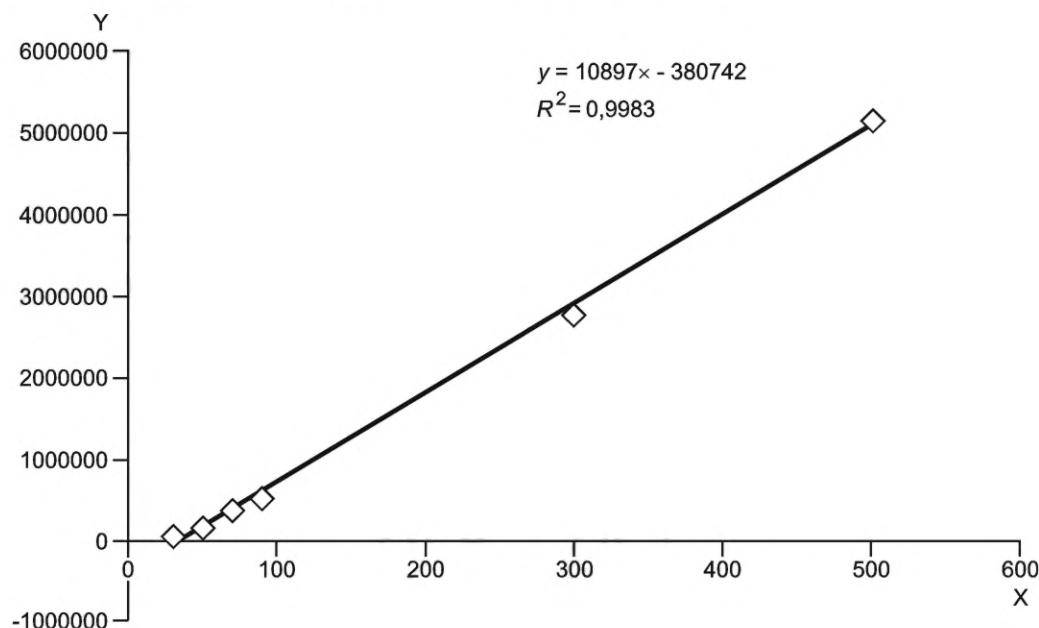
$c$  — концентрация DEA, определенная по градуировочной кривой, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  — конечный объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса пробы, г;

$D_f$  — коэффициент разбавления, если оно имело место (если поэтапное разбавление не используется,  $D_f = 1$ ).

Результаты указывают с двумя десятичными знаками после запятой.



Y — площадь пика (характеристический ион для количественного определения:  $m/z$  74); X — концентрация, мкг/см<sup>3</sup>

Рисунок 1 — Градуировочная кривая для количественного определения DEA по характеристическому иону ( $m/z$  74) в режиме SIM

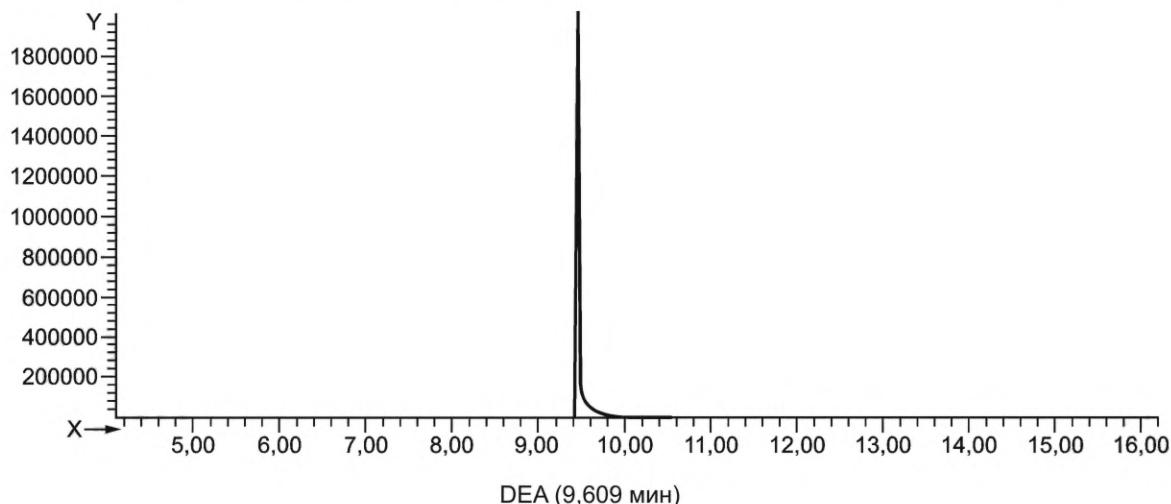
В приложении А в качестве примера приведены хроматограммы выбранного иона-мишени ( $m/z$  74) и полного ионного тока для DEA.

## 6 Предел количественного определения

Предел количественного определения (LoQ) для данного метода установлен равным 1000 мг/кг (0,1 %). Определяемые экспериментально пределы обнаружения могут отличаться для различных проб, зависеть от происхождения мешающих воздействий в матрице пробы и характеристик конкретного применяемого оборудования.

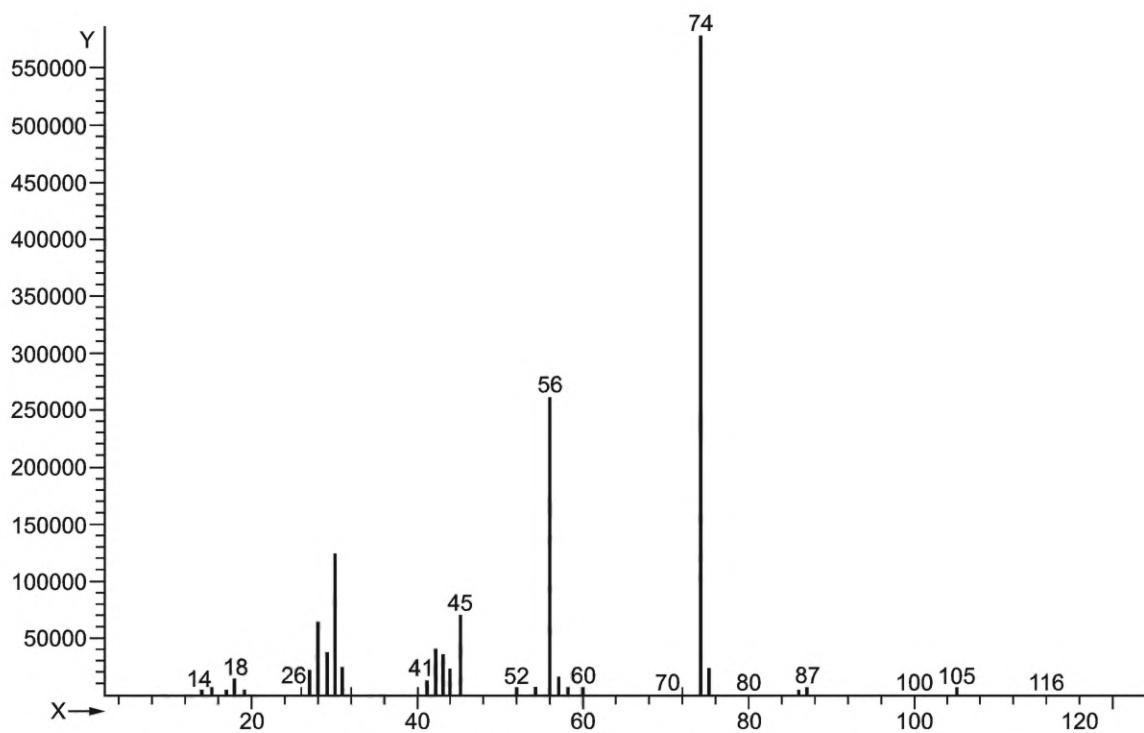
**Приложение А**  
**(справочное)**

**Примеры типичных ГХ-МС-хроматограмм для стандартного раствора DEA**



Y — интенсивность; X — время

Рисунок А.1 — Скан (участок) хроматограммы DEA с концентрацией 250 мкг/см<sup>3</sup> с характеристическим ионом ( $m/z$  74) (при использовании колонки DB-624)



Y — интенсивность; X — время

Рисунок А.2 — Mass-спектр DEA

## Библиография

- [1] Henriks-Eckerman M.I., Suuronen K., Jolanki R. et al. Determination of occupational exposure to alkanolamines in metal-working fluids. Ann. Occup. Hyg. 2007, 51 (2) pp. 153—160. DOI:10.1093/annhyg/mel079 (Определение профессиональной подверженности воздействию алканоаминов, содержащихся в технологических маслах)
- [2] Peru K.M., Headley J.V., Doucette W.J. Determination of alkanolamines in cattails (*Typha latifolia*) utilizing electrospray ionization with selected reaction monitoring and ion-exchange chromatography. Rapid Commun. Mass Spectrom. 2004, 18 (14) pp. 1629—1634. DOI: 10.1002/rcm.1531 (Определение алканоаминов в рогозе широколистном (*Typha latifolia*) путем ионизации распылением в электрическом поле с использованием средств контроля селективных реакций и ионообменной хроматографии)
- [3] Headley J.V., Fedorak P.M., Dickson L.C. A review of analytical methods for the determination of sulfolane and alkanolamines in environmental studies. J. AOAC Int. 2002, 85 (1) pp. 154—162. DOI: 10.1016/j.chroma.2009.05.056 (Обзор аналитических методов для определения сульфолана и алканоаминов при изучении состояния окружающей среды)
- [4] Li X., Shi J., Chen L. et al. Determination of diethanolamine in cosmetics based on micellar extraction in situ derivatization coupled with high performance liquid chromatography [J]. Anal. Methods. 2016, 8 pp. 2915—2922. DOI: 10.1039/c6ay00217j (Определение диэтаноламина в парфюмерно-косметической продукции на основе дериватизации с мицеллярной экстракцией in situ в сочетании с методом высокоэффективной жидкостной хроматографии)
- [5] Bord N., Crétier G., Rocca J.L. et al. Determination of diethanolamine or N-methyldiethanolamine in high ammonium concentration matrices by capillary electrophoresis with indirect UV detection: application to the analysis of refinery process waters [J]. Anal. Bioanal. Chem. 2004, 380 (2) pp. 325—332. DOI: 10.1007/s00216-004-2754-3 (Определение диэтаноламина или N-метилдиэтаноламина в матрицах с высокой концентрацией аммония методом капиллярного электрофореза с косвенным УФ-обнаружением: применение для анализа технологических вод в процессе нефтепереработки)
- [6] ASTM D7599-09:2012 Standard test method for determination of diethanolamine, triethanolamine, n-methyldiethanolamine and n-ethyldiethanolamine in water by single reaction monitoring liquid chromatography/tandem mass spectrometry (LC/MS/MS) (Стандартный метод испытаний для определения диэтаноламина, триэтаноламина и n-метилдиэтаноламина в воде методом направленного мониторинга выбранных реакций на основе жидкостной хроматографии/тандемной масс-спектрометрии (ЖХ/МС/МС))
- [7] SN/T 2107-2008 Determination of monoethanolamine, diethanolamine and triethanolamine in cosmetics for import and export (Определение моноэтаноламина, диэтаноламина и триэтаноламина в импортируемой и экспортной парфюмерно-косметической продукции)
- [8] Zacharis C.K., Tzanavaras P.D. Liquid chromatography coupled to on-line post column derivatization for the determination of organic compounds: a review on instrumentation and chemistries. Anal. Chim. Acta. 2013, 798 (10) pp. 1—24. DOI: 10.1016/j.aca.2013.07.032 (Жидкостная хроматография в сочетании с постколоночной дериватизацией в режиме реального времени для органических соединений: обзор оборудования и реагентов)
- [9] Whiteside I.R.C., Worsfold P.J., McKerrell E.H. Determination of alkylamines by high-performance liquid chromatography with post-column fluorescence derivatization. Anal. Chim. Acta. 1988, 212 (1—2) pp. 155—163. DOI: 10.1016/S0003-2670(00)84137-9 (Определение алкиламинов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с постколоночной флуоресцентной дериватизацией)

---

УДК 665.5.014:543.42.062(083.74)(476)

МКС 71.100.70

IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, диэтаноламин, газовая хроматография, масс-спектрометрия

---

Технический редактор *И.Е. Черепкова*  
Корректор *И.А. Королева*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 09.01.2024. Подписано в печать 19.01.2024. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)