

31980L1335

31.12.1980

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

L 383/27

PRVNÍ SMĚRNICE KOMISE

ze dne 22. prosince 1980

o sblížení právních předpisů členských států týkajících se metod analýzy nezbytných pro kontrolu složení kosmetických prostředků

(80/1335/EHS)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského hospodářského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 76/768/EHS ze dne 27. července 1976 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se kosmetických prostředků⁽¹⁾, ve znění směrnice 79/661/EHS⁽²⁾, a zejména na čl. 8 odst. 1 uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že se ve směrnici 76/768/EHS stanoví úřední zkoušení kosmetických prostředků s cílem zajistit dodržení podmínek předepsaných předpisy Společenství týkajícími se složení kosmetických prostředků;

vzhledem k tomu, že všechny nezbytné analytické metody musí být stanoveny co nejdříve; že stanovení metod odběru vzorků, přípravy vzorků v laboratoři, důkazu a stanovení volného hydroxidu sodného a draselného, důkazu a stanovení kyseliny šťavelové a jejích zásaditých solí v prostředcích pro péči o vlasy, stanovení chloroformu v zubních pastách, stanovení zinku a důkazu a stanovení kyseliny 4hydroxybenzensulfonové je prvním krokem tímto směrem;

vzhledem k tomu, že opatření stanovená v této směrnici jsou v souladu se stanoviskem Výboru pro přizpůsobení směrnice 76/768/EHS technickému pokroku,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Členské státy učiní všechny nezbytné kroky k tomu, aby zajistily, že při úředním zkoušení kosmetických prostředků budou:

- odběr vzorků,
- příprava vzorků v laboratoři,
- důkaz a stanovení volného hydroxidu sodného a draselného,
- důkaz a stanovení kyseliny šťavelové a jejích alkalických solí v prostředcích pro péči o vlasy,
- stanovení chloroformu v zubních pastách,
- stanovení zinku,
- důkaz a stanovení kyseliny 4hydroxybenzensulfonové prováděny metodami popsány v příloze.

Článek 2

Členské státy uvedou v platnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí nejpozději do 31. prosince 1982.

Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

Článek 3

Tato směrnice je určena členským státům.

V Bruselu dne 22. prosince 1980.

Za Komisi

Richard BURKE

člen Komise

⁽¹⁾ Úř. věst. L 262, 27.9.1976, s. 169.

⁽²⁾ Úř. věst. L 192, 31.7.1979, s. 35.

PŘÍLOHA

I. ODBĚR VZORKŮ KOSMETICKÝCH PROSTŘEDKŮ

1. ROZSAH A OBLAST POUŽITÍ

Postup odběru vzorků kosmetických prostředků je popsán s ohledem na jejich analýzy v různých laboratořích.

2. DEFINICE

2.1 Základní vzorek:

jednotkové množství odebrané ze šarže nabízené k prodeji.

2.2 Celkový vzorek:

suma všech základních vzorků odebraných ze šarže téhož čísla.

2.3 Laboratorní vzorek:

reprezentativní část celkového vzorku, která má být analyzována v jednotlivých laboratořích.

2.4 Zkušební vzorek:

reprezentativní část laboratorního vzorku nezbytná pro analýzu.

2.5 Obal:

předmět, který obsahuje výrobek a který je s výrobkem v neustálém přímém styku.

3. POSTUP ODBĚRU VZORKŮ

3.1 Kosmetické prostředky musí být odebírány v původních obalech a musí být doručeny do laboratoře, aniž byly otevřeny.

3.2 Pokud jde o kosmetické prostředky, které jsou uváděny na trh ve velkém balení nebo které jsou prodávány v jiných než původních obalech od výrobce, měly by být vydány vhodné pokyny pro jejich odběr v místě použití nebo prodeje.

3.3 Počet základních vzorků nezbytných pro přípravu laboratorního vzorku je určen analytickou metodou a počtem analýz, které mají být provedeny každou laboratoří.

4. IDENTIFIKACE VZORKU

4.1 Vzorky se na místě odběru zapečetí a označí v souladu s pravidly platnými v dotyčném členském státu.

4.2 Každý odebraný základní vzorek se označí následujícími informacemi:

- název kosmetického prostředku,
- datum, čas a místo odběru vzorku,
- jméno osoby odpovědné za odběr vzorku,
- název inspektorátu.

4.3 Protokol o odběru vzorků musí být vypracován v souladu s pravidly platnými v dotyčném členském státě.

5. UCHOVÁVÁNÍ VZORKŮ

5.1 Základní vzorky musí být uchovávány v souladu s případnými pokyny výrobce uvedenými na etiketě.

5.2 Nejsou-li uvedeny jiné podmínky, musí být laboratorní vzorky uchovávány v temnu při teplotě 10 až 25 °C.

5.3 Základní vzorky nesmí být do zahájení analýzy otevřeny.

II. PŘÍPRAVA VZORKŮ V LABORATOŘI

1. OBECNĚ

1.1 Je-li to možné, měla by být analýza provedena s každým základním vzorkem. Je-li základní vzorek příliš malý, měl by být použit minimální počet základních vzorků. Před odběrem zkušebního vzorku by měly být nejdříve důkladně smíchány.

- 1.2 Obal se otevře v inertní atmosféře, vyžaduje-li to analytická metoda, a co nejrychleji se odebere požadovaný počet zkušebních vzorků. Poté by měla být neprodleně provedena analýza. Jestliže musí být vzorek zachován, měl by být obal opět v inertní atmosféře uzavřen.
- 1.3 Kosmetické prostředky mohou být v tekuté nebo tuhé formě nebo v polotuhé formě. Jestliže dojde k oddělení fází původně homogenního výrobku, měl by být výrobek před odběrem zkušební vzorku opět zhomogenizován.
- 1.4 Je-li kosmetický prostředek uváděn do prodeje zvláštním způsobem, v jehož důsledku nelze postupovat podle těchto pokynů, a nejsou-li dány vhodné metody zkoušení, může být přijat vlastní postup za předpokladu, že bude písemně uveden jako součást protokolu o analýze.

2. KAPALINY

- 2.1 V této formě se mohou vyskytovat výrobky, jako jsou olejové, lihové a vodné roztoky, toaletní vody, lotiony nebo mléka, a mohou být baleny ve flakonech, lahvičkách, ampulích nebo tubách.

2.2 Odběr zkušební vzorku:

- před otevřením se obal prudce protřepe,
- obal se otevře,
- několik mililitrů tekutiny se převede do zkumavky k vizuálnímu vyšetření jejích vlastností pro účely odběru zkušební vzorku,
- obal se opět uzavře nebo
- se odeberou požadované zkušební vzorky,
- obal se pečlivě uzavře.

3. POLOTUHÉ LÁTKY

- 3.1 V této formě se mohou vyskytovat výrobky, jako jsou pasty, krémy, emulze a gely, a mohou být baleny v tubách, v plastových lahvičkách nebo kelímcích.

3.2 Odběr zkušební vzorku:

- 3.2.1 Obaly s úzkým hrdlem: Odstraní se alespoň první centimetr prostředku. Vytlačí se zkušební vzorek a obal se ihned uzavře.
- 3.2.2 Obaly se širokým hrdlem: Rovnoměrně se seškrábne horní vrstva. Odebere se zkušební vzorek a obal se ihned uzavře.

4. TUHÉ LÁTKY

- 4.1 V této formě se mohou vyskytovat výrobky, jako jsou sypké pudry, kompaktní pudry, tyčinky, a mohou být baleny v široké škále obalů.

4.2 Odběr zkušební vzorku:

- 4.2.1 Sypké pudry: před odzátkováním nebo otevřením se obal prudce protřepe. Obal se otevře a odebere se zkušební vzorek.
- 4.2.2 Kompaktní pudry nebo tyčinky: Rovnoměrně se seškrábne horní vrstva. Ze spodní vrstvy se odebere zkušební vzorek.

5. PROSTŘEDKY V BALENÍCH POD TLAKEM („obaly na aerosoly“)

- 5.1 Tyto výrobky jsou definovány v článku 2 směrnice Rady 75/324/EHS ze dne 20. května 1975 ⁽¹⁾.

5.2 Zkušební vzorek:

Po důkladném protřepání se pomocí vhodné spojky (viz obrázek 1: ve specifických případech může být v analytické metodě požadováno použití jiné spojky) převede reprezentativní množství obsahu obalu na aerosoly do skleněné lahve potažené vrstvou z plastu (obrázek 4) a opatřené aerosolovým ventilem, avšak bez výtlačné trubičky. Při převádění do lahve směřuje ventil dolů. Při převádění je obsah dobře viditelný. Existují čtyři možnosti:

⁽¹⁾ Úř. věst. L 147, 9.6.1975, s. 40.

- 5.2.1 Aerosolový prostředek ve formě homogenního roztoku, který lze přímo analyzovat.
- 5.2.2 Aerosolový prostředek sestává ze dvou kapalných fází. Každá z fází může být analyzována po oddělení spodní fáze do druhé lahve. V tomto případě směřuje dolů ventil první lahve. V takovém případě bývá spodní fáze vodná a neobsahuje hnací plyn (např. butan/vodu).
- 5.2.3 Aerosolové prostředky obsahující suspenzi pudru. Kapalnou fázi lze analyzovat po oddělení pudru.
- 5.2.4 Prostředky ve formě pěny nebo krému: Do lahve se nejdříve přesně naváží 5 až 10 g 2-methoxyethanolu. Tato látka zabrání pění při odplynění, a tak je možné vypudit hnací plyny, aniž by došlo ke ztrátě kapaliny.

5.3 Pomůcky

Spojka (obrázek 1) je vyrobena z duralu nebo z mosazi. Je konstruována tak, aby prostřednictvím polyethylenového adaptéru vyhovovala různým systémům ventilů. Na obrázku je uveden příklad; lze použít jiné spojky (viz obrázky 2 a 3).

Přepavní láhev (obrázek 4) je vyrobena z bílého skla a z vnějšku je potažena ochrannou vrstvou průhledného plastu. Má objem 50 až 100 ml. Je opatřena aerosolovým ventilem bez výtlačné trubičky.

5.4 Metoda

Aby bylo možné převést dostatečné množství vzorku, musí být z lahve vypuzen vzduch. Za tímto účelem se do lahve zavede přes spojku asi 10 ml dichlordifluormethanu nebo butanu (podle aerosolového prostředku, který má být zkoumán) a poté se provede odplynění až do zmizení kapalných fází, přičemž láhev s ventilem směřuje vzhůru. Spojka se sejme. Láhev se zváží („a“ gramů). Obal na aerosoly, z něhož má být odebrán vzorek, se prudce protřepe. Spojka se připojí na ventil obalu s aérosolem, který má být odebrán, (obal je orientován ventilem vzhůru), ke spojce se připojí láhev (hrdlem dolů) a zatlačí se na ni. Láhev se naplní asi ze dvou třetin. Jestliže převádění předčasně ustane kvůli vyrovnání tlaků, může být obnoveno zchlazením lahve. Spojka se sejme, naplněná láhev se zváží („b“ gramů) a stanoví se hmotnost převedeného vzorku aerosolu m_1 ($m_1 = b - a$).

Takto získaný vzorek lze použít:

1. k obvyklé chemické analýze,
2. k analýze těkavých složek plynovou chromatografií.

5.4.1 Chemická analýza

S lahví udržovanou ventilem vzhůru se postupuje dále následujícím způsobem:

- z lahve se vypudí plyn; jestliže přitom dochází k pění, použije se láhev, do které bylo stříkačkou přes spojku předem zavedeno přesně zvážené množství 2-methoxyethanolu (5 až 10 g),
- na vodní lázni při 40 °C se třepáním odstraní těkavé složky, aniž by došlo ke ztrátám vzorku,
- láhev se znovu zváží („c“ gramů), aby se stanovila hmotnost zbytku m_2 ($m_2 = c - a$).

Poznámka: při výpočtu hmotnosti zbytku se odečte hmotnost případného použitého množství 2-methoxyethanolu

- sejmutím ventilu se láhev otevře,
- zbytek se kvantitativně rozpustí ve známém množství vhodného rozpouštědla,
- s alikvotním podílem se provede požadovaná analýza.

Vzorce pro výpočet:

$$R = \frac{r \times m_2}{m_1} \text{ a } Q = \frac{R \times P}{100},$$

kde:

m_1 = hmotnost aerosolu odebraného do lahve,

m_2 = hmotnost zbytku po zahřívání při 40 °C,

r = obsah jednotlivé látky ve zbytku m_2 , vyjádřený v procentech (stanovený vhodnou metodou),

R = obsah jednotlivé látky v aerosolu, jak byl odebrán, vyjádřený v procentech,

Q = celková hmotnost jednotlivé látky v aerosolovém rozprašovači,

P = čistá hmotnost původního obalu na aerosoly (základní vzorek).

5.4.2 Analýza těkavých složek plynovou chromatografií

5.4.2.1 Podstata metody

Pomocí stříkačky pro plynovou chromatografii se z lahve odebere dostatečné množství vzorku. Obsah stříkačky se nastříkne do plynového chromatografu.

5.4.2.2 Pomůcky

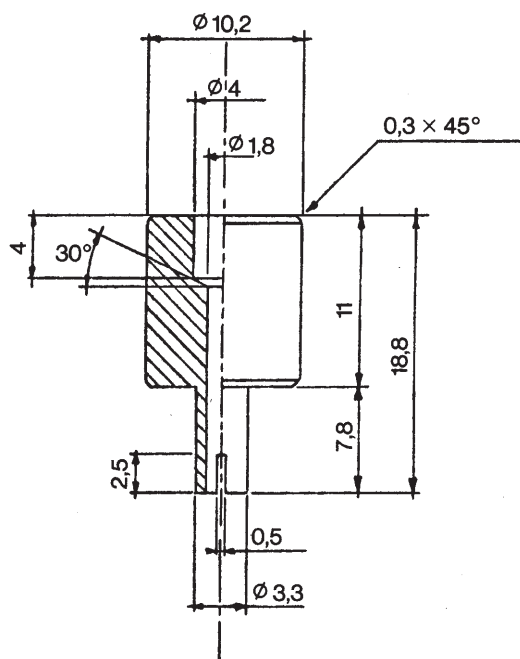
Přesná stříkačka pro plynovou chromatografii řady A2 na 25 µl nebo 50 µl (obrázek 5) nebo rovnocenná stříkačka. Tato stříkačka je vybavena posuvným ventilem na konci jehly. Stříkačka je spojena s lahví spojkou nasazenou na lahvi a polyethylenovou trubičkou nasazenou na injekční stříkačce (délka 8 mm, vnitřní průměr 2,5 mm).

5.4.2.3 Metoda

Po převedení dostatečného množství aerosolového výrobku do lahve se způsobem popsáním v bodu 5.4.2.2 připevní k lahvi kónický konec stříkačky. Otevře se ventil a nasaje se dostatečné množství kapaliny. Několikrát posunutím pístu se odstraní bublinky plynu (stříkačka se podle potřeby ochladí). Když je ve stříkačce dostatečné množství kapaliny bez bublin, ventil se uzavře a stříkačka se odpojí od lahve. Nasadí se jehla, stříkačka se vloží do vstřikovacího zařízení plynového chromatografu, otevře se ventil a provede se nástřik.

5.4.2.4 Vnitřní standard

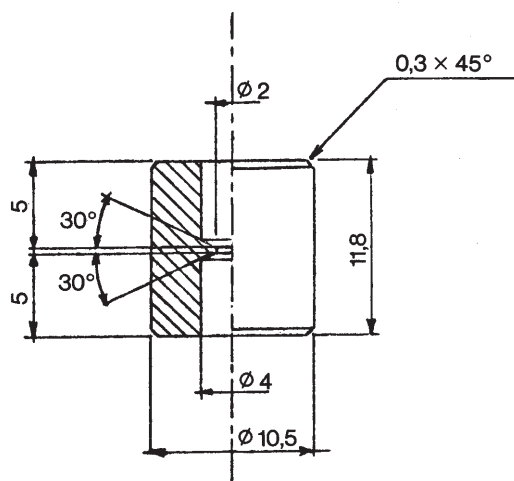
Pokud se požaduje použití vnitřního standardu, zavede se do lahve (obyčejnou skleněnou stříkačkou za použití spojky).



Obrázek 2

Spojka M2

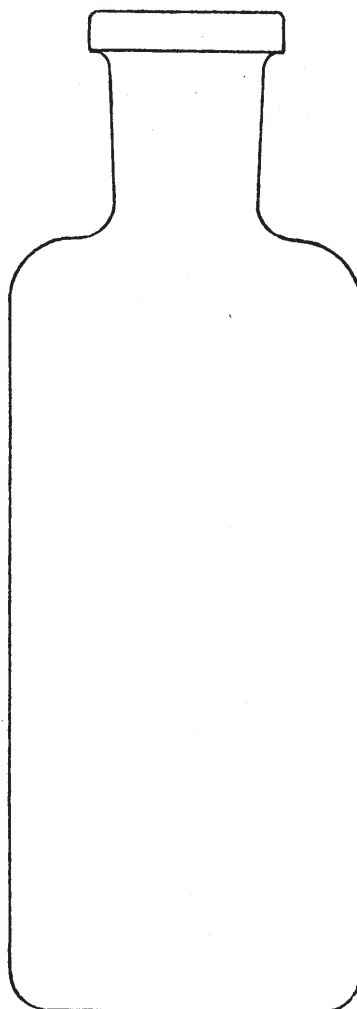
pro převod mezi zasunovacím a objímacím ventilem



Obrázek 3

Spojka M1

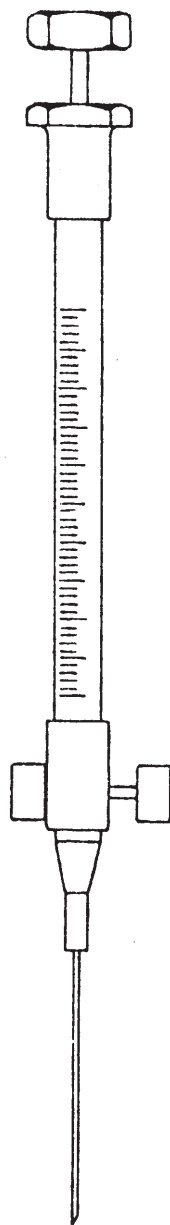
pro převod mezi dvěma zasunovacími ventily



Obrázek 4

Láhev

o objemu 50 až 100 ml



Obrázek 5

Stříkačka pro plynovou chromatografii

III. STANOVENÍ A DŮKAZ VOLNÉHO HYDROXIDU SODNÉHO A DRASELNÉHO

1. ROZSAH A OBLAST POUŽITÍ

V metodě je uveden postup identifikace kosmetických prostředků obsahujících významné množství volného hydroxidu sodného a/nebo draselného a postup stanovení volného hydroxidu sodného a/nebo draselného v prostředcích pro narovnání vlasů a v odstraňovačích nehtové kůžičky.

2. DEFINICE

Množství volného hydroxidu sodného a draselného je dáno množstvím odměrného roztoku kyseliny potřebného k neutralizaci prostředku za předepsaných podmínek, přičemž výsledné množství se vyjádří jako volný hydroxid sodný v % (m/m).

3. PODSTATA METODY

Vzorek se rozpustí nebo suspenduje ve vodě a titruje se odměrným roztokem kyseliny. Souběžně s přidáváním kyseliny se zaznamenává hodnota pH; u jednoduchých roztoků hydroxidu sodného nebo draselného je bod ekvivalence dán maximální rychlostí změny zaznamenané hodnoty pH.

Jednoduchá titrační křivka může být zkreslena za přítomnosti:

- a) čpavku a jiných slabých organických zásad, které samy vykazují poměrně plochou titrační křivku. Amoniak se v této metodě odstraní odpařením za sníženého tlaku při pokojové teplotě;
- b) solí slabých kyselin, které mohou způsobit, že titrační křivka vykazuje několik inflexních bodů. V takových případech odpovídá neutralizaci hydroxylových iontů pocházejících z volného hydroxidu sodného nebo draselného pouze první část křivky až k prvnímu inflexnímu bodu.

V metodě je uveden alternativní postup titrace v alkoholu pro případy, kdy dochází k intenzivní interferenci se solemi slabých anorganických kyselin.

I když existuje teoretická možnost, že by vysoké pH mohlo být způsobeno jinými rozpustnými silnými zásadami, např. hydroxidem lithným či kvartérním amoniiovým hydroxidem, je jejich přítomnost v těchto typech kosmetických prostředků velmi nepravděpodobná.

4. DŮKAZ

4.1 Reakční činidla

- 4.1.1 Standardní pufrací roztok, pH 9,18 při 25 °C: 0,05 M roztok dekahydrátu tetraboritanu sodného.

4.2 Přístroje a pomůcky

- 4.2.1 Běžné laboratorní sklo
- 4.2.2 pHmetr
- 4.2.3 Skleněná membránová elektroda
- 4.2.4 Standardní kalomelová referenční elektroda

4.3 Postup

pH-metr s elektrodami se kalibruje pomocí standardního alkalického pufracího roztoku.

Připraví se 10 % vodný roztok nebo vodná suspenze výrobku, který má být analyzován, a zfiltruje se. Změří se pH. Je-li pH 12 nebo vyšší, musí být provedeno kvantitativní stanovení.

5. STANOVENÍ

5.1 Titrace ve vodném prostředí

- 5.1.1 Reakční činidlo
- 5.1.1.1 Odměrný roztok kyseliny chlorovodíkové, 0,1N
- 5.1.2 Přístroje a pomůcky
- 5.1.2.1 Běžné laboratorní sklo
- 5.1.2.2 pH-metr, nejlépe se zapisovačem
- 5.1.2.3 Skleněná membránová elektroda
- 5.1.2.4 Standardní kalomelová referenční elektroda

5.1.3 Postup

Do kádinky na 150 ml se přesně naváží zkušební vzorek o hmotnosti 0,5 až 1,0 g. Je-li přítomen amoniak, přidá se několik varných kamínků, kádinka se vloží do vakuového exsikátoru a evakuuje se pomocí vodní vývěvy, dokud je patrný zápach čpavku (asi tři hodiny).

Přidá se 100 ml vody, zbytek v kádince se rozpustí nebo suspenduje a titruje se 0,1 N odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové (5.1.1.1) přičemž se zaznamenává změna pH (5.1.2.2).

5.1.4 Výpočet

Na titrační křivce se určí inflexní body. Jestliže první inflexní bod leží při hodnotě pH nižší než 7, není ve vzorku přítomen volný hydroxid sodný nebo draselný.

Vykazuje-li titrační křivka dva nebo více inflexních bodů, je pro stanovení významný jen první z nich.

Zaznamená se objem titračního roztoku až k dosažení prvního inflexního bodu.

Je-li V objem titračního roztoku v ml a

M hmotnost zkušební vzorku v gramech,

vypočte se obsah hydroxidu sodného a/nebo draselného ve vzorku vyjádřený jako hydroxid sodný v % (m/m) pomocí vzorce.

$$\% = 0,4 \frac{V}{M}.$$

Může nastat situace, kdy přes náznaky přítomnosti nezanedbatelného množství hydroxidu sodného a/nebo draselného nevykazuje titrační křivka zřetelný inflexní bod. V takovém případě je třeba stanovení opakovat v isopropanolu.

5.2 Titrace v isopropanolu

5.2.1 Reakční činidla

5.2.1.1 Isopropanol

5.2.1.2 Vodný odměrný roztok kyseliny chlorovodíkové, 1,0 N

5.2.1.3 0,1 N roztok kyseliny chlorovodíkové v isopropanolu připravený bezprostředně před použitím zředěním 1,0 N vodného roztoku kyseliny chlorovodíkové isopropanolem.

5.2.2 Přístroje a pomůcky

5.2.2.1 Běžné laboratorní sklo

5.2.2.2 pH-metr, nejlépe se zapisovačem

5.2.2.3 Skleněná membránová elektroda

5.2.2.4 Standardní kalomelová referenční elektroda

5.2.3 Postup

Do kádinky na 150 ml se přesně naváží zkušební vzorek o hmotnosti 0,5 až 1,0 g. Je-li přítomen amoniak, přidá se několik varných kamínků, kádinka se vloží do vakuového exsikátoru a evakuuje se pomocí vodní vývěvy, dokud je patrný zápach čpavku (asi tři hodiny).

Přidá se 100 ml isopropanolu, zbytek v kádince se rozpustí nebo suspenduje a titruje se 0,1 N odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové v isopropanolu (5.2.1.3), přičemž se zaznamenává změna pH (5.2.2.2).

5.2.4 Výpočet

Jako v bodu 5.1.4. První inflexní bod leží přibližně u měřené hodnoty pH 9.

5.3 Opakovatelnost ⁽¹⁾

Při obsahu hydroxidu sodného nebo draselného kolem 5 % (m/m), vyjádřeno jako hydroxid sodný, by neměla absolutní hodnota rozdílu dvou stanovení provedených současně se stejným vzorkem překročit 0,25 %.

⁽¹⁾ Viz ISO/DIS 5725.

IV. STANOVENÍ A DŮKAZ KYSELINY ŠŤAVELOVÉ A JEJÍCH ALKALICKÝCH SOLÍ V PROSTŘEDCÍCH PRO PÉČI O VLASY

1. ROZSAH A OBLAST POUŽITÍ

Níže popsaná metoda je vhodná ke stanovení a k důkazu kyseliny šťavelové a jejích alkalických solí v prostředcích pro péči o vlasy. Lze ji použít u bezbarvých vodných nebo alkoholových roztoků a lotionů, které obsahují asi 5 % kyseliny šťavelové nebo ekvivalentní množství alkalického šťavelanu.

2. DEFINICE

Obsah kyseliny šťavelové a/nebo jejích alkalických solí stanovený touto metodou se vyjádří v hmotnostních procentech (m/m) volné kyseliny šťavelové ve vzorku.

3. PODSTATA METODY

Po odstranění všech přítomných anionických povrchově aktivních látek pomocí *p*-toluidinhydrochloridu se kyselina šťavelová a/nebo alkalické šťavelany vysráží jako šťavelan vápenatý a roztok se zfiltruje. Sraženina se rozpustí v kyselině sírové a titruje se manganistanem draselným.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

Všechna použitá reakční činidla musí být čistoty p.a.

- 4.1 Roztok octanu amonného, 5 % (m/m)
- 4.2 Roztok chloridu vápenatého, 10 % (m/m)
- 4.3 Ethanol, 95 % (v/v)
- 4.4 Chlorid uhličitý
- 4.5 Diethylether
- 4.6 Roztok *p*-toluidinhydrochloridu, 6,8 % (m/m)
- 4.7 Roztok manganistanu draselného, 0,1 N
- 4.8 Kyselina sírová, 20 % (m/m)
- 4.9 Kyselina chlorovodíková, 10 % (m/m)
- 4.10 Octan sodný trihydrát
- 4.11 Ledová kyselina octová
- 4.12 Kyselina sírová (1:1)
- 4.13 Nasycený roztok hydroxidu barnatého

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

- 5.1 Dělicí nálevky na 500 ml
- 5.2 Kádinky na 50 a 600 ml
- 5.3 Skleněné filtrační kelímky, G4
- 5.4 Odměrné válce na 25 a 100 ml
- 5.5 Pipety na 10 ml
- 5.6 Odsávačky na 500 ml
- 5.7 Vodní vývěva
- 5.8 Teploměr se stupnicí od 0 do 100 °C
- 5.9 Magnetická míchačka s vyhřívanou deskou
- 5.10 Magnetická míchadélka potažená teflonem
- 5.11 Byreta na 25 ml
- 5.12 Erlenmeyerovy baňky na 250 ml

6. POSTUP

- 6.1 Do kádinky na 50 ml se naváží 6 až 7 g vzorku, pH se nastaví na hodnotu 3 zředěnou kyselinou chlorovodíkovou (4.9) a roztok se převede do dělicí nálevky 100 mililitry destilované vody. Postupně se přidá 25 ml ethanolu (4.3), 25 ml roztoku *p*-toluidinhydrochloridu (4.6) a 25 až 30 ml chloridu uhličitýho (4.4) a obsah se prudce protřepe.
- 6.2 Po oddělení fází se spodní (organická) vrstva odpustí, extrakce se opakuje po přidání reakčních činidel uvedených v bodu 6.1 a organická vrstva se znovu odpustí.
- 6.3 Vodná vrstva se převede do kádinky na 600 ml a případný chlorid uhličitý se odstraní povařením roztoku.
- 6.4 Přidá se 50 ml roztoku octanu amonného (4.1), roztok se přivede k varu (5.9) a za varu se do něj vmíchá 10 ml horkého roztoku chloridu vápenatého (4.2); sraženina se nechá usadit.

- 6.5 Úplnost vysrážení se ověří přidáním několika kapek roztoku chloridu vápenatého (4.2), roztok se nechá vychladnout na pokojovou teplotu a poté se do něj vmíchá (5.10) 200 ml ethanolu (4.3); nechá se 30 minut stát.
- 6.6 Supernatant se odfiltruje přes skleněný filtrační kelímek (5.3), sraženina se převede do filtračního kelímku pomocí malého množství horké vody (50 až 60 °C) a promyje se studenou vodou.
- 6.7 Sraženina se pětkrát promyje malým množstvím ethanolu (4.3), pětkrát malým množstvím diethyletheru (4.5) a rozpustí se v 50 ml horké kyseliny sírové (4.8), která se nechá protéci filtračním kelímkem za podtlaku.
- 6.8 Roztok se kvantitativně převede do Erlenmeyerovy baňky (5.11) a titruje se roztokem manganistanu draselného (4.7) do slabě růžového zbarvení.

7. VÝPOČET

Obsah kyseliny šťavelové ve vzorku vyjádřený v hmotnostních procentech se vypočte ze vzorce:

$$\text{obsah kyseliny šťavelové v \%} = \frac{A \times 4,50179 \times 100}{E \times 1\,000},$$

kde

A = spotřeba 0,1N roztoku manganistanu draselného podle bodu 6.8,

E = navážka vzorku v gramech (6.1),

4,50179 = přepočítávací faktor pro kyselinu šťavelovou.

8. OPAKOVATELNOST⁽¹⁾

Při obsahu kyseliny šťavelové kolem 5 % (m/m) by neměla absolutní hodnota rozdílu dvou stanovení provedených současně se stejným vzorkem překročit 0,15 %.

9. DŮKAZ

9.1 Podstata důkazu

Kyselina šťavelová a/nebo šťavelany se vysrážejí jako šťavelan vápenatý a rozpustí se v kyselině sírové. Do roztoku se přidá malé množství roztoku manganistanu draselného, který se odbarví za vzniku oxidu uhličitého. Projde-li vzniklý oxid uhličitý roztokem hydroxidu barnatého, vytvoří se bílá sraženina (mléčný zákal) uhličitanu barnatého.

9.2 Postup

- 9.2.1 Část vzorku, který má být analyzován, se podrobí postupu popsanému v bodech 6.1 až 6.3; odstraní se tak případně přítomné detergenty.
- 9.2.2 K přibližně 10 ml roztoku podle bodu 9.2.1 se přidá na špičku špachtle octanu sodného (4.10) a roztok se okyselí několika kapkami ledové kyseliny octové (4.11).
- 9.2.3 Přidá se 10 % roztok chloridu vápenatého (4.2) a roztok se zfiltruje. Sraženina šťavelanu vápenatého se rozpustí ve 2 ml kyseliny sírové (1:1) (4.12).
- 9.2.4 Roztok se převede do zkumavky a po kapkách se přidá asi 0,5 ml 0,1 N roztoku manganistanu draselného (4.7). Za přítomnosti šťavelanu se roztok odbarví, nejprve pomalu a potom rychle.
- 9.2.5 Ihned po přidání roztoku manganistanu draselného se zkumavka uzavře zátkou s trubičkou, obsah se mírně zahřeje a vzniklý oxid uhličitý se jímá do nasyceného roztoku hydroxidu barnatého (4.13). Vznik mléčného zákalu uhličitanu barnatého během tří až pěti minut indikuje přítomnost kyseliny šťavelové.

⁽¹⁾ Viz ISO/DIS 5725.

V. STANOVENÍ CHLOROFORMU V ZUBNÍ PASTĚ

1. ROZSAH A OBLAST POUŽITÍ

Metoda se používá pro stanovení chloroformu v zubní pastě plynovou chromatografií. Je vhodná pro stanovení chloroformu o koncentraci 5 % nebo nižší.

2. DEFINICE

Obsah chloroformu ve vzorku stanovený touto metodou se vyjádří v hmotnostních procentech vztažených na hmotnost výrobku.

3. PODSTATA METODY

Zubní pasta se suspenduje ve směsi dimethylformamid/methanol, ke které se přidá známé množství acetonitrilu jako vnitřní standard. Po odstředění se část kapalné fáze analyzuje plynovou chromatografií a vypočte se obsah chloroformu.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

Všechna reakční činidla musí být čistoty p.a.

4.1 Porapak Q, Chromosorb 101 nebo ekvivalent, 80 až 100 mesh

4.2 Acetonitril

4.3 Chloroform

4.4 Dimethylformamid

4.5 Methanol

4.6. Roztok vnitřního standardu

5 ml dimethylformamidu (4.4) se pipetuje do odměrné baňky na 50 ml, přidá se asi 300 mg přesně zváženého množství acetonitrilu (M mg), doplní se po rysku dimethylformamidem a promíchá.

4.7 Roztok ke stanovení faktoru relativní odezvy. Přesně 5 ml roztoku vnitřního standardu (4.6) se pipetuje do odměrné baňky na 10 ml a přidá se asi 300 mg přesně zváženého množství chloroformu (M_1 mg). Doplní se po rysku dimethylformamidem a promíchá.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

5.1 Analytické váhy

5.2 Plynový chromatograf s plamenovým ionizačním detektorem

5.3 Mikrostříkačka na 5 až 10 μ l, dělená po 0,1 μ l

5.4 Nedělené pipety na 1, 4 a 5 ml

5.5 Odměrné baňky na 10 a 50 ml

5.6 Zkumavky na asi 20 ml se šroubovým uzávěrem, Sovirel Francie č. 20 nebo ekvivalentní. Šroubový uzávěr má vnitřní těsnící plochu potaženou teflonem.

5.7 Odstředivka

6. POSTUP

6.1 **Doporučené chromatografické podmínky**

6.1.1 Materiál kolony: sklo

délka: 150 cm

vnitřní průměr: 4 mm

vnější průměr: 6 mm.

6.1.2 Kolona se pomocí vibrátoru naplní Porapakem Q, Chromosorbem 101 nebo ekvivalentní náplní, 80 až 100 mesh (4.1).

6.1.3 Detektor: plamenový ionizační; citlivost se nastaví tak, aby při nástřiku 3 μ l roztoku 4.7 činila výška píku acetonitrilu asi tři čtvrtiny celé škály zapisovače.

6.1.4 Plyny:

Nosný plyn: dusík, průtok 65 ml/min.

Pomocný plyn: vodík; vzduch nebo kyslík. Průtok plynů do detektoru se nastaví tak, aby průtok vzduchu nebo kyslíku byl pěti- až desetinásobkem průtoku vodíku.

6.1.5 *Teplota:*

nástřík	210 °C
detektor	210 °C
kolona	175 °C

6.1.6 *Rychlost posuvu papíru:*

asi 100 cm za hodinu.

6.2 **Příprava vzorku**

Vzorek k analýze se odebere z dosud neotevřené tuby. Vytlačí se jedna třetina obsahu, tuba se uzavře, obsah se důkladně promíchá a odebere se zkušební vzorek.

6.3 **Stanovení**

6.3.1 Do zkumavky se šroubovým uzávěrem (5.6) se naváží s přesností na 10 mg 6 až 7 gramů zubní pasty (M_0 gramů) podle bodu 6.2 a přidají se tři malé skleněné kuličky.

6.3.2 Do zkumavky se odpipetuje přesně 5 ml roztoku vnitřního standardu (4.6), 4 ml dimethylformamidu (4.4) a 1 ml methanolu (4.5), zkumavka se uzavře a obsah se promíchá.

6.3.3 Uzavřená zkumavka se vloží na půl hodiny do třepačky a poté se 15 minut odstředí při otáčkách, při nichž dojde ke zřetelnému oddělení fází.

Poznámka: Občas dojde k tomu, že po odstředění je kapalná fáze stále zakalená. Určitého zlepšení lze dosáhnout přidáním 1 až 2 gramů chloridu sodného ke kapalně fázi a novým odstředěním po usazení.

6.3.4 3 μ l tohoto roztoku (6.3.3) se nastříknou za podmínek popsanych v bodu 6.1. Postup se opakuje. Za výše uvedených podmínek mohou být vodítkem tyto retenční časy:

methanol	přibližně 1 minuta,
acetonitril	přibližně 2,5 minuty,
chloroform	přibližně 6 minut,
dimethylformamid	> 15 minut.

6.3.5 *Stanovení faktoru relativní odezvy*

Pro stanovení tohoto faktoru se nastříknou 3 μ l roztoku podle bodu 4.7. Postup se opakuje. Faktor relativní odezvy se stanovuje každý den.

7. **VÝPOČET**7.1 **Výpočet relativní odezvy**

7.1.1 Změří se výška píků acetonitrilu a chloroformu a jejich šířka v polovině výšky a jejich plocha se vypočte podle vzorce: výška $\times$ šířka v polovině výšky.

7.1.2 Stanoví se plocha píků acetonitrilu a chloroformu v chromatogramu zaznamenaném za podmínek podle bodu 6.3.5 a vypočte se relativní odezva f_s z následujícího vzorce:

$$f_s = \frac{A_s \cdot M_i}{M_s \cdot A_i} = \frac{A_s \cdot \frac{1}{10} M}{A_i \cdot M_1},$$

kde

f_s = faktor relativní odezvy pro chloroform,

A_s = plocha píku chloroformu (6.3.5),

A_i = plocha píku acetonitrilu (6.3.5),

M_s = množství chloroformu v mg na 10 ml roztoku podle bodu 6.3.5 (= M_1),

M_i = množství acetonitrilu v mg na 10 ml roztoku podle bodu 6.3.5 (= $\frac{1}{10} M$).

Vypočte se průměr z naměřených hodnot.

7.2 Výpočet obsahu chloroformu

7.2.1 Postupem podle bodu 7.1.1 se vypočte plocha píků chloroformu a acetonitrilu v chromatogramu zaznamenaném postupem uvedeným v bodu 6.3.4.

7.2.2 Obsah chloroformu v zubní pastě se vypočte pomocí následujícího vzorce:

$$\% X = \frac{A_s \cdot M_i}{f_s \cdot M_{sx} \cdot A_i} \cdot 100 \% = \frac{A_s \cdot M}{f_s \cdot A_i \cdot M_o \cdot 100},$$

kde

% X = obsah chloroformu v zubní pastě vyjádřený v hmotnostních procentech,

A_s = plocha píku chloroformu (6.3.4),

A_i = plocha píku acetonitrilu (6.3.4),

M_{sx} = hmotnost vzorku podle bodu 6.3.1 v mg (= 1000· M_o),

M_i = množství acetonitrilu v mg na 10 ml roztoku podle bodu 6.3.2 (= 1/10 M).

Vypočte se průměr zjištěných hodnot a výsledek se vyjádří s přesností na 0,1 %.

8. OPAKOVATELNOST⁽¹⁾

Při obsahu chloroformu kolem 3 % by neměla absolutní hodnota rozdílu dvou stanovení provedených současně se stejným vzorkem překročit 0,3 %.

VI. STANOVENÍ ZINKU

1. ROZSAH A OBLAST POUŽITÍ

Metoda je vhodná pro stanovení zinku přítomného v kosmetických prostředcích ve formě chloridu, síranu nebo 4hydroxybenzensulfonátu zinečnatého, nebo jako kombinace těchto solí.

2. DEFINICE

Obsah zinku ve vzorku se stanoví gravimetricky jako bis(2methyl8oxochinolinát) zinečnatý a vyjádří se v hmotnostních procentech zinku ve vzorku.

3. PODSTATA METODY

Zinek přítomný v roztoku se vysráží v kyselém prostředí jako bis(2methyl8oxochinolinát) zinečnatý. Po filtraci se sraženina usuší a zváží.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

Všechna použitá reakční činidla musí být čistoty p.a.

4.1 Koncentrovaný amoniak, 25 % (m/m); $d \frac{20}{4} = 0 \cdot 91$

4.2 Ledová kyselina octová

4.3 Octan amonný

4.4 2-Methylchinolin-8-ol

4.5 Roztok čpavku, 6 % (m/v)

240 g koncentrovaného roztoku čpavku (4.1) se převede do odměrné baňky na 1000 ml, doplní se po rysku destilovanou vodou a promíchá.

4.6 Roztok octanu amonného 0,2 M

15,4 g octanu amonného (4.3) se rozpustí v destilované vodě, v odměrné baňce na 1000 ml se doplní po rysku a promíchá.

4.7 Roztok 2-methylchinolin-8-olu

5 g 2-methylchinolin-8-olu se rozpustí ve 12 ml ledové kyseliny octové, převede se destilovanou vodou do odměrné baňky na 100 ml. Doplní se po rysku destilovanou vodou a promíchá.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

5.1 Odměrné baňky na 100 a 1000 ml

5.2 Kádinky na 400 ml

5.3 Odměrné válce na 50 a 150 ml

5.4 Dělené pipety na 10 ml

⁽¹⁾ Viz ISO/DIS 5725.

- 5.5 Skleněné filtrační kelímky G-4
- 5.6 Odsávačky na 500 ml
- 5.7 Vodní vývěva
- 5.8 Teploměr se stupnicí od 0 do 100 °C
- 5.9 Exsíkátor s vhodným sušicím prostředkem a indikátorem vlhkosti, např. se silikagelem nebo rovnocenným sušicím prostředkem
- 5.10 Sušárna nastavená na teplotu 150 ± 2 °C
- 5.11 pH-metr
- 5.12 Topná deska

6. POSTUP

- 6.1 Do kádinky na 400 ml se naváží 5 až 10 g (M gramů) vzorku, který má být analyzován, tak aby množství obsahovalo 50 až 100 mg zinku, přidá se 50 ml destilované vody a promíchá.
- 6.2 Na každých 10 mg zinku přítomného v roztoku (6.1) se přidají 2 ml roztoku 2methylchinolin8olu (4.7) a promíchá se.
- 6.3 Směs se zředí 150 ml destilované vody, ohřeje na 60 °C (5.12) a za stálého míchání se přidá 45 ml roztoku 0,2 M octanu amonného (4.6).
- 6.4 pH roztoku se za stálého míchání upraví na 5,7 až 5,9 přidáním 6 % roztoku čpavku (4.5); pH roztoku se měří pH-metrem.
- 6.5 Roztok se ponechá 30 minut stát. Poté se zfiltruje pomocí vodní vývěvy přes filtrační kelímek G-4, předem usušený (150 °C) a po vychladnutí zvážený (M₀ gramů); sraženina se promyje 150 ml destilované vody ohřáté na 95 °C.
- 6.6 Kelímek se vloží do sušárny vyhřáté na 150 °C a suší se jednu hodinu.
- 6.7 Kelímek se vyjme ze sušárny, vloží se do exsíkátoru (5.9) a po vychladnutí na pokojovou teplotu se zváží (M₁ gramů).

7. VÝPOČET

Obsah zinku ve vzorku vyjádřený v hmotnostních procentech (% m/m) se vypočte pomocí vzorce:

$$\% \text{ zinku} = \frac{(M_1 - M_0) \times 17,12}{M},$$

kde

M = hmotnost vzorku odebraného podle bodu 6.1 v gramech,

M₀ = hmotnost prázdného suchého filtračního kelímku (6.5) v gramech,

M₁ = hmotnost filtračního kelímku se sraženinou (6.7) v gramech.

8. OPAKOVATELNOST ⁽¹⁾

Při obsahu zinku kolem 1 % (m/m) nesmí absolutní hodnota rozdílu dvou stanovení provedených současně se stejným vzorkem překročit 0,1 %.

VII. STANOVENÍ A DŮKAZ KYSELINY 4HYDROXYBENZENSULFONOVÉ

1. ROZSAH A OBLAST POUŽITÍ

Metoda je vhodná pro důkaz a stanovení kyseliny 4hydroxybenzensulfonové v kosmetických prostředcích, např. v aerosolech a v pleťových lotionech.

2. DEFINICE

Obsah kyseliny 4hydroxybenzensulfonové ve výrobku stanovený touto metodou se vyjádří v hmotnostních procentech jako bezvodý 4hydroxybenzensulfonát zinečnatý.

⁽¹⁾ ISO/DIS 5725.

3. PODSTATA METODY

Zkušební vzorek se zahustí za sníženého tlaku, rozpustí se ve vodě a přečistí extrakcí chloroformem. Kyselina 4hydroxybenzensulfonová se stanoví jodometricky v alikvotním podílu zfiltrovaného vodného roztoku.

4. REAKČNÍ ČINIDLA

Všechna použitá reakční činidla musí být čistoty p.a.

4.1 Koncentrovaná kyselina chlorovodíková, 36 % (m/m), $\left(d \frac{20}{4} = 1 \cdot 18\right)$

4.2 Chloroform

4.3 Butan-1-ol

4.4 Ledová kyselina octová

4.5 Jodid draselný

4.6 Bromid draselný

4.7 Uhličitan sodný

4.8 Kyselina sulfanilová

4.9 Dusitan sodný

4.10 Roztok bromičnanu draselného, 0,1 N

4.11 Roztok thiosíranu sodného, 0,1 N

4.12 Vodný roztok škrobu, 1 % (m/v)

4.13 Vodný roztok uhličitanu sodného, 2 % (m/v)

4.14 Vodný roztok dusitanu sodného, 4,5 % (m/v)

4.15 Roztok dithizonu v chloroformu, 0,05 % (m/v)

4.16 Vyvíjecí roztok: butan-1-ol/ledová kyselina octová/voda (4: 1: 5, v/v/v); po smíchání v dělicí nálevce se spodní vrstva odstraní.

4.17 Paulyho činidlo

4,5 g kyseliny sulfanilové (4.8) se rozpustí ve 45 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (4.1) za zahřívání a roztok se zředí vodou na 500 ml. 10 ml roztoku se ochladí v misce s ledovou vodou a za míchání se přidá 10 ml chladného roztoku dusitanu sodného (4.14). Roztok se ponechá stát 15 minut při 0 °C (za této teploty je roztok stabilní po jeden až tři dny) a bezprostředně před nanesením (7.5) se přidá 20 ml roztoku uhličitanu sodného (4.13).

4.18 Hotové celulosové desky pro chromatografii na tenké vrstvě; velikost 20 × 20 cm, tloušťka vrstvy sorbentu 0,25 mm.

5. PŘÍSTROJE A POMŮCKY

5.1 Baňky na 100 ml s kulatým dnem a se zabroušenou zátkou

5.2 Dělicí nálevka na 100 ml

5.3 Erlenmeyerova baňka na 250 ml se zábrusem

5.4 Byreta na 25 ml

5.5 Nedělené pipety na 1, 2 a 10 ml

5.6 Dělená pipeta na 5 ml

5.7 Mikrostříkačka na 10 µl dělená po 0,1 µl

5.8 Teploměr se stupnicí od 0 do 100 °C

5.9 Vodní lázeň s vyhříváním

5.10 Sušárna s nucenou ventilací nastavená na teplotu 80 °C

5.11 Běžné vybavení pro chromatografii na tenké vrstvě

6. PŘÍPRAVA VZORKU

V níže popsané metodě pro důkaz a stanovení kyseliny hydroxybenzensulfonové v aerosolech lze využít zbytku získaného poté, co se z aerosolové nádoby odpustí rozpouštědla a hnací plyny, které se za obvyklého tlaku odpaří.

7. DŮKAZ

7.1 Pomocí mikrostříkačky (5.7) se nanese 5 µl zbytku (6) nebo vzorku do šesti bodů počáteční linie ve vzdálenosti 1 cm od spodního okraje desky pro chromatografii na tenké vrstvě (4.18).

7.2 Deska se umístí do vyvíjecí komory obsahující vyvíjecí rozpouštědlo (4.16) a vyvíjí se, dokud čelo rozpouštědla nedosáhne 15 cm od startovací linie.

7.3 Deska se vyjme z lázně a suší se při 80 °C, dokud nezmizí zápach kyseliny octové. Deska se postříká roztokem uhličitanu sodného (4.13) a suší se na vzduchu.

- 7.4 Jedna polovina desky se zakryje skleněnou deskou a nezakrytá část se postříká 0,05 % roztokem dithizonu (4.15). Vznik purpurově červených skvrn na chromatogramu indikuje přítomnost zinečnatých iontů.
- 7.5 Postříkaná část desky se přikryje skleněnou deskou a zbývající část se postříká Paulyho činidlem (4.17). Přítomnost kyseliny 4hydroxybenzensulfonové je indikována vznikem žlutohnědé skvrny s hodnotou R_f kolem 0,26, zatímco žlutá skvrna s hodnotou R_f asi 0,45 na chromatogramu indikuje přítomnost kyseliny 3hydroxybenzensulfonové.
8. STANOVENÍ
- 8.1 Do baňky na 100 ml s kulatým dnem se naváží 10 g vzorku nebo zbytku (6) a odpaří se téměř do sucha ve vakuu v rotačním odpařovači umístěném na vodní lázni při 40 °C.
- 8.2 Do lahve se odpipetuje 10,0 ml vody (V_1 ml) a odparek (8.1) se zahřátím rozpustí.
- 8.3 Roztok se kvantitativně převede do dělicí nálevky (5.2) a extrahuje se dvakrát vždy 20 ml chloroformu (4.2). Po každé extrakci se chloroformová fáze odstraní.
- 8.4 Vodný roztok se zfiltruje přes skládaný filtr. Podle očekávaného obsahu kyseliny hydroxybenzensulfonové se 1,0 nebo 2,0 ml (V_2 ml) filtrátu napipetují do Erlenmeyerovy baňky na 250 ml (5.3) a zředí se na 75 ml vodou.
- 8.5 Přidá se 2,5 ml 36 % kyseliny chlorovodíkové (4.1) a 2,5 g bromidu draselného (4.6), roztok se promíchá a zahřeje na vodní lázni na 50 °C.
- 8.6 Z byrety se připouští 0,1 N roztok bromičnanu draselného (4.10), dokud se roztok při 50 °C nezbarví žlutě.
- 8.7 Přidají se další 3 ml roztoku bromičnanu draselného (4.10), baňka se uzavře a nechá stát 10 minut na vodní lázni při 50 °C.
- Jestliže se během 10 minut roztok odbarví, přidají se další 2,0 ml roztoku bromičnanu draselného (4.10), baňka se uzavře a zahřívá 10 minut na vodní lázni při 50 °C. Zaznamená se celkové množství přidaného roztoku bromičnanu draselného (a).
- 8.8 Roztok se ochladí na pokojovou teplotu, přidají se 2 g jodidu draselného (4.5) a roztok se zamíchá.
- 8.9 Uvolněný jod se titruje 0,1 N roztokem thiosíranu sodného (4.11). Ke konci titrace se přidá několik kapek roztoku škrobu (4.12) jako indikátoru. Zaznamená se spotřebovaný objem roztoku thiosíranu (b).
9. VÝPOČET

Obsah hydroxybenzensulfonátu zinečnatého ve vzorku nebo zbytku (6) vyjádřený v hmotnostních procentech (% m/m) se vypočte ze vzorce:

$$\% \text{ m/m hydroxybenzensulfonátu zinečnatého} = \frac{(a - b) \times V_1 \times 0,00514 \times 100}{m \times V_2},$$

kde

a = celkové množství přidaného 0,1 N roztoku bromičnanu draselného (8.7) v mililitrech,

b = celkové množství 0,1 N roztoku thiosíranu sodného spotřebovaného při zpětné titraci (8.9),

m = množství analyzovaného vzorku nebo zbytku (8.1) v miligramech,

V_1 = objem roztoku získaného podle bodu 8.2 v mililitrech,

V_2 = objem rozpuštěného zbytku po odpaření použitého k analýze (8.4) v mililitrech.

Poznámka: Při analýze aerosolů musí být výsledek stanovení v hmotnostních procentech % (m/m) zbytku (6) přepočten na původní výrobek. Za tímto účelem viz pravidla odběru aerosolů.

10. OPAKOVATELNOST ⁽¹⁾

Při obsahu hydroxybenzensulfonátu zinečnatého kolem 5 % (m/m) by neměla absolutní hodnota rozdílu dvou stanovení provedených současně se stejným vzorkem překročit 0,5 %.

11. INTERPRETACE VÝSLEDKŮ

Podle směrnice Rady 76/768/EHS týkající se kosmetických prostředků je nejvyšší povolená koncentrace 4hydroxybenzensulfonátu zinečnatého v pleťových lotionech a v deodorantech 6 % (m/m). To znamená, že vedle obsahu kyseliny hydroxybenzensulfonové musí být stanoven i obsah zinku. Vynásobením vypočteného obsahu hydroxybenzensulfonátu zinečnatého (9) faktorem 0,1588 se získá minimální obsah zinku v % (m/m), který musí být teoreticky přítomen ve výrobku s ohledem na stanovený obsah kyseliny hydroxybenzensulfonové. Skutečný, gravimetricky stanovený obsah zinku (viz příslušné předpisy) však může být vyšší, neboť kosmetické prostředky mohou obsahovat také chlorid zinečnatý a síran zinečnatý.

⁽¹⁾ Viz ISO/DIS 5725.