

31980L1335

31.12.1980

EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA

L 383/27

ESIMENE KOMISJONI DIREKTIIV,

22. detsember 1980,

kosmeetikatoodete koostise kontrolliks vajalikke analüüsimeetodeid käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta

(80/1335/EMÜ)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 27. juuli 1976. aasta direktiivi 76/768/EMÜ liikmesriikides kosmeetikatoodete kohta vastuvõetud õigusaktide ühtlustamise kohta, ⁽¹⁾ muudetud direktiiviga 79/661/EMÜ, ⁽²⁾ eriti selle artikli 8 lõiget 1,

ning arvestades, et:

direktiiviga 76/768/EMÜ on ette nähtud kosmeetikatoodete ametlik katsetamine, et tagada kosmeetikatoodete koostist käsitlevate ühenduse õigusnormidega ettenähtud tingimuste täitmine;

kõik vajalikud analüüsimeetodid tuleb kehtestada võimalikult kiiresti; esimene samm selles suunas on sätestada meetodid, mis käsitlevad proovivõttu, proovi ettevalmistamist laboris, vaba naatrium- ja kaaliumhüdroksiidi identifitseerimist ja määramist, oblikhappe ja selle aluseliste soolade identifitseerimist ja määramist juuksehooldusvahendites, kloroformi määramist hambapastades, tsingi määramist ning fenoolsulfoonhappe identifitseerimist ja määramist;

käesolevas direktiivis sätestatud meetmed on kooskõlas direktiivi 76/768/EMÜ kohandamist tehnika arenguga käsitleva komitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Liikmesriigid võtavad kõik vajalikud meetmed tagamaks, et kosmeetikatoodete ametliku katsetamise korral:

- proovi võtmine,
- uuritavate proovide ettevalmistamine laboris,
- vaba naatrium- ja kaaliumhüdroksiidi identifitseerimine ja määramine,
- oblikhappe ja selle aluseliste soolade identifitseerimine ja määramine juuksehooldusvahendites,
- kloroformi määramine hambapastades,
- tsingi määramine,
- fenoolsulfoonhappe identifitseerimine ja määramine viiakse läbi kooskõlas lisas kirjeldatud meetoditega.

Artikkel 2

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud õigus- ja haldusnormid hiljemalt 1. detsembriks 1982.

Liikmesriigid teatavad nendest viivitamata komisjonile.

Artikkel 3

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 22. detsember 1980

Komisjoni nimel
komisjoni liige
Richard BURKE

⁽¹⁾ EÜT L 262, 27.9.1976, lk 169.

⁽²⁾ EÜT L 192, 31.7.1979, lk 35.

LISA

I. KOSMEETIKATOODETE PROOVIDE VÕTMINE

1. RAKENDATAVUS JA RAKENDUSALA
Kosmeetikatoode proovivõtumeetodi kirjeldamisel peetakse silmas nende analüüsimist eri laborites.
2. MÕISTED
 - 2.1. Valim:
müügiks pakutavast partiist võetud ühik.
 - 2.2. Koondproov:
kõigi ühe ja sama partiinumbriga valimite summa.
 - 2.3. Laboriproov:
koondproovi representatiivne osa, mida analüüsitakse eraldi laborites.
 - 2.4. Katsekogus:
laboriproovi representatiivne üheks analüüsiks vajalik kogus.
 - 2.5. Tootepakend:
toodet sisaldav ese, mis on sellega vahetus ja pidevas kontaktis.
3. PROOVIVÕTUMEETOD
 - 3.1. Kosmeetikatoode võetakse prooviks originaalpakendites ja saadetakse analüüsilaborile avamata.
 - 3.2. Kosmeetikatoode kohta, mida turustatakse lahtiselt või pakendatakse jaemüügiks ümber algsest tootjapakendist erinevasse pakendisse, tuleks välja anda asjakohane kasutamise- või müügikohas toimuva proovivõtu juhend.
 - 3.3. Laboriproovi valmistamiseks vajalike valimite arv määratakse igas laboris läbiviidava analüüsi meetodi ja analüüsides arvu alusel.
4. PROOVI IDENTIFITSEERIMINE
 - 4.1. Proovid tuleb võtmise ajal plommida ja identifitseerida kooskõlas asjakohases liikmesriigis kehtivate eeskirjadega.
 - 4.2. Iga valimi märgistusel peab olema järgmine teave:
 - kosmeetikatoote nimetus,
 - proovivõtu kuupäev, kellaeg ja koht,
 - proovivõtu eest vastutava isiku nimi,
 - järelevalveasutuse nimi.
 - 4.3. Proovivõtu protokoll koostatakse asjakohases liikmesriigis kehtivate eeskirjade kohaselt.
5. PROOVIDE SÄILITAMINE
 - 5.1. Valimeid tuleb säilitada vastavalt märgistusel esitatud tootja juhendile, kui selline on olemas.
 - 5.2. Kui muid tingimusi ei ole ette nähtud, säilitatakse laboriproove pimedas temperatuuril 10–25 °C.
 - 5.3. Valimeid ei tohi kuni analüüsi alguseni avada.

II. KATSEKOGUSTE ETTEVALMISTAMINE LABORIS

1. ÜLDOSA
 - 1.1. Võimaluse korral analüüsitakse kõiki valimeid. Kui valim on liiga väike, tuleks kasutada miinimumarvu valimeid. Need tuleks enne katsekoguse võtmist kõigepealt omavahel põhjalikult segada.

- 1.2. Kui analüüsimeetod seda nõuab, avatakse tootepakend inertgaasi keskkonnas ja võetakse võimalikult kiiresti vajalik arv katsekoguseid. Seejärel tuleb analüüs võimalikult kiiresti läbi viia. Kui proovi tuleb säilitada tootepakendis, tuleb see uuesti sulgeda inertgaasi keskkonnas.
- 1.3. Kosmeetikatooteid võib ette valmistada vedelal, tahkel või pooltahkel kujul. Kui algselt homogeenne toode on kihistunud, tuleb see enne katsekoguse võtmist uuesti homogeniseerida.
- 1.4. Kui kosmeetikatoode turustatakse eriviisil, mille tõttu ei ole võimalik käsitleda seda käesoleva juhendi kohaselt, ja kui asjakohaseid uurimismeetodeid ei ole ette nähtud, võidakse rakendada muud sobivat meetodit, tingimusel et see on analüüsiaruandes kirjalikult sätestatud.

2. VEDELAD KOSMEETIKATOOTED

- 2.1. Nendeks võivad olla sellised tooted nagu õli-, alkoholi- ja vesilahused, tualettveed, losjoonid ja piimad ning need võivad olla pakitud flakoonidesse, pudelitesse, ampullidesse või tuubidesse.
- 2.2. **Katsekoguse võtmine:**
 - tootepakendit loksutatakse enne avamist tugevalt,
 - tootepakend avatakse,
 - mõned millimeetrid vedelikku valatakse katseklaasi ja kontrollitakse visuaalselt, missuguse katsekoguse sealt saab võtta,
 - tootepakend suletakse uuesti või
 - võetakse vajalikud katsekogused,
 - tootepakend suletakse hoolikalt.

3. POOLTAHKED KOSMEETIKATOOTED

- 3.1. Nendeks võivad olla sellised tooted nagu pastad, kreemid, emulsioonid ja geelid ning need võivad olla pakitud tuubidesse, plastpudelitesse või purkidesse.
- 3.2. **Katsekoguse võtmine:**
 - 3.2.1. Peene kaelaga tootepakendite puhul. Eemaldatakse vähemalt 1 cm paksune tootekiht. Eraldatakse katsekogus ja suletakse tootepakend viivitamata.
 - 3.2.2. Laia kaelaga tootepakendite puhul. Eemaldatakse pinda ühtlaselt kaapides toote pealne kiht. Võetakse välja katsekogus ja suletakse tootepakend viivitamata.

4. TAHKED KOSMEETIKATOOTED

- 4.1. Nendeks võivad olla sellised tooted nagu tolmpuudrid, kompaktpuudrid ja pulgad ning need võivad olla pakitud mitmesugustesse erinevatesse tootepakenditesse.
- 4.2. Katsekoguse võtmine:
 - 4.2.1. Tolmpuuder – loksutatakse tugevasti enne avamist. Avatakse pakend ja eemaldatakse katsekogus.
 - 4.2.2. Kompaktpuuder või pulk – eemaldatakse pealne kiht ühtlaselt kaapides. Katsekogus võetakse selle alt.

5. SURVEPAKENDIS (“aerosooliballoonides”) KOSMEETIKATOOTED

- 5.1. Kõnealused tooted on määratletud nõukogu 20. mai 1975. aasta direktiivi 75/324/EMÜ⁽¹⁾ artiklis 2.

5.2. Katsekogus:

Pärast tugevat loksutamist viiakse representatiivne kogus aerosooliballooni sisu sobiva ühenduslülili kaudu (vt joonis 1: erijuhtudel võib analüüsimeetodi puhul olla tarvis kasutada muid ühenduslülisid) plastkattega klaaspudelisse (joonis 4), mille külge on kinnitatud aerosoolklapp, kuid millel puudub tilgutustoru. Viimise ajal hoitakse pudelit klapiga allapoole. Sellisel toimides on sisu selgesti nähtav ja vastab ühele järgmistest juhtudest:

(¹) EÜT L 147, 9.6.1975, lk 40.

- 5.2.1. Aerosooltoode homogeenne lahuse, valmis vahetuks analüüsiks.
- 5.2.2. Kahest vedelfaasist koosnev aerosooltoode. Mõlemat faasi võib analüüsida pärast alumise faasi eraldamist teise vahepudelis. Sel juhul hoitakse esimest vahepudelit klapiga allapoole. Sel juhul on alumiseks faasiks tihti vesilahus, mis ei sisalda propellenti (näit butaani ja vee ühendit).
- 5.2.3. Suspensioonis pulbrit sisaldav aerosooltoode. Vedelfaasi saab analüüsida pärast pulbri eemaldamist.
- 5.2.4. Vahu- või kreemitaoline toode. Kõigepealt kaalutakse vahepudelis täpselt 5–10 g 1-metoksüetanooli. Kõnealune aine takistab vahu teket degaseerimisel ja seejärel on võimalik väljutada propellentgaasid vedelikku kaotamata.

5.3. Abivahendid

Ühenduslüli (joonis 1) on valmistatud duralumiiniumist või valgevasest. See on projekteeritud nii, et polüetüleenist ühenduse abil on seda võimalik ühendada eri klapisüsteemidega. See on toodud näitena; kasutada võib ka teisi ühenduslülisid. (Vt joonised 2 ja 3).

Vahepudel on valmistatud valgest klaasist, mis on väljastpoolt kaetud läbipaistvast plastist kaitsekihiga. See mahutab 50–100 ml. Pudel on varustatud tilgutustoruta aerosoolklapiga.

5.4. Meetod

Piisavas koguses proovi ülekandmiseks tuleb vahepudelist eemaldada õhk. Selleks juhitakse ühenduslüli kaudu umbes 10 ml diklorodifluorometaani või butaani (sõltuvalt uuritavast aerosooltootest) ja seejärel, hoides vahepudelit klapiga ülespoole, degaseeritakse täielikult kuni vedelfaasi kadumiseni. Eemaldatakse ühenduslüli. Kaalutakse vahepudel (a grammi). Loksutatakse tugevasti aerosooliballooni, millest proov võetakse. Ühenduslüli ühendatakse proovi sisaldava aerosoolpakendiga (klapiga ülespoole), vahokolb (kaelaga allapoole) kinnitatakse ühenduslüli külge ja vajutatakse. Vahepudel täidetakse kahe kolmandiku ulatuses. Kui ülekannet katkeb enneaegselt rõhkude võrdsustumise tõttu, on võimalik seda jätkata vahepudelit jahutades. Eemaldatakse ühenduslüli, kaalutakse täidetud pudel (b grammi) ja määratakse ülekantud aerosoolproovi mass m_1 ($m_1 = b - a$).

Niiviisi saadud proovi võib kasutada:

- 1) tavaliseks keemiliseks analüüsiks;
- 2) lenduvate koostisosade gaasikromatograafiliseks analüüsiks.

5.4.1. Keemiline analüüs

Hoides vahepudelit klapiga ülespoole, toimitakse järgmiselt:

- degaseeritakse toode. Kui degaseerimisel tekib vaht, kasutatakse vahepudelit, kuhu on varem ühenduslüli kaudu süstlaga viidud täpselt kaalutud kogus (5–10 g) 2-metoksüetanooli,
 - lenduvate koostisosade lõplikuks kadudeta eemaldamiseks loksutatakse pudelit veevannis temperatuuril 40 °C. Eemaldatakse ühenduslüli,
 - kaalutakse uuesti vahepudelit (c grammi), et määrata kindlaks jäägi mass m_2 ($m_2 = c - a$).
- (NB: Jäägi massi arvutamisel arvatakse maha kasutatud 2-metoksüetanooli mass.),
- eemaldatakse klapp ja avatakse vahepudel,
 - lahustatakse jääk täielikult teadaolevas koguses sobivas lahustis,
 - viiakse läbi soovitud määramine lahjendatud vedelikust.

Arvutamisel kasutatakse järgmisi valemeid:

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

kus:

m_1 = vahepudelisse võetud aerosooli mass;

m_2 = jäägi mass pärast soojendamist temperatuuril 40 °C;

r = konkreetse aine protsentuaalne sisaldus jäägis m_2 (määratuna asjakohase meetodiga);

R = konkreetse aine protsentuaalne sisaldus prooviks võetud aerosooltootes;

Q = konkreetse aine üldmass aerosooliballoonis;

P = algse aerosooliballooni netomass (valim).

5.4.2. *Lenduvate koostisosade gaasikromatograafiline analüüs*

5.4.2.1. Põhimõte

Vahepudelist eemaldatakse gaasikromatograafi süstlaga vajalik kogus. Seejärel süstitakse süstla sisu gaasikromatograafi.

5.4.2.2. Abivahendid

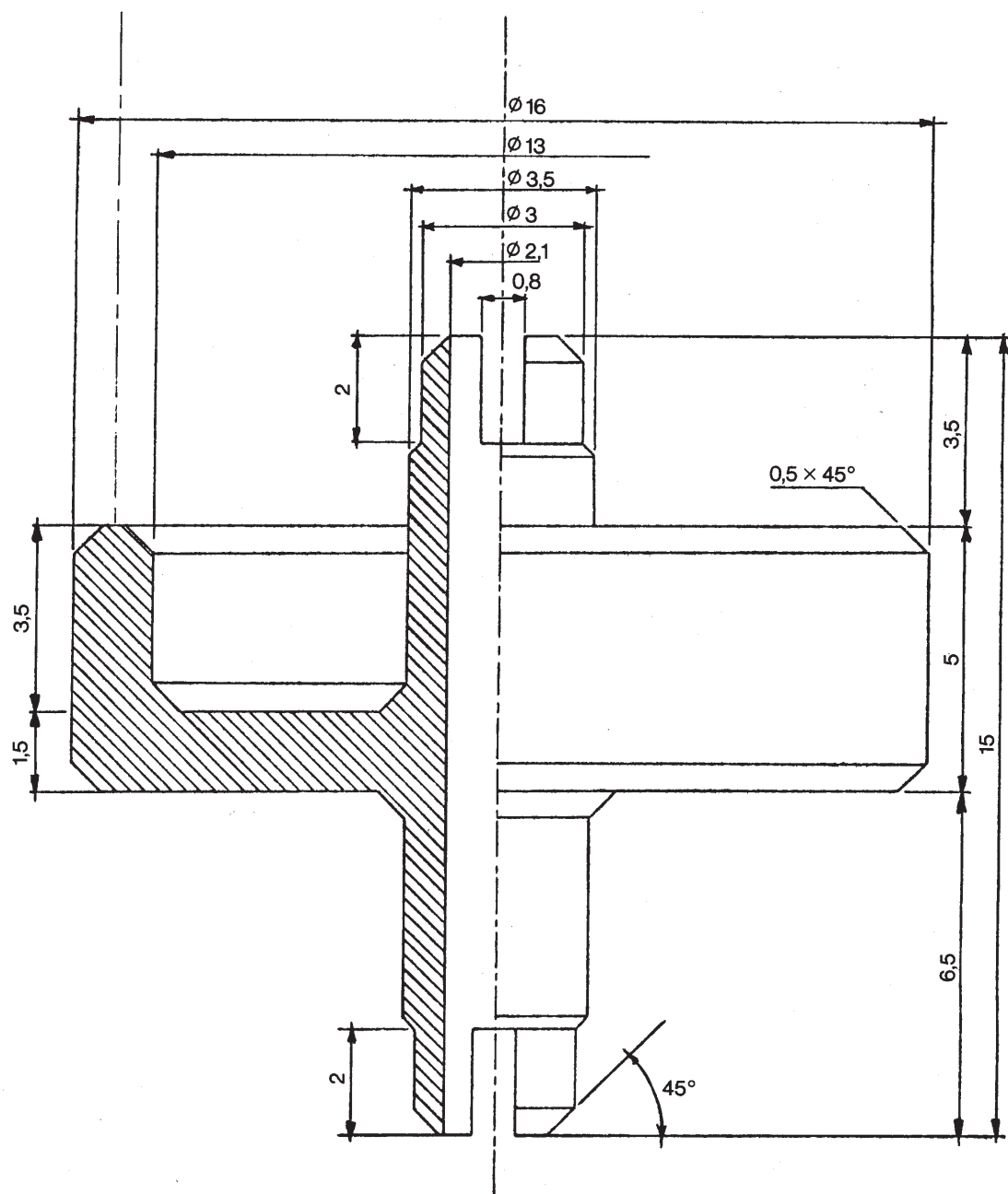
25- või 50-µl gaasikromatograafi süstal (joonis 5) seeriast A2 "täpne proov" või samaväärne. Selline süstal on varustatud nõela otsas asuva liugsulguriga. Süstal ühendatakse vahepudelig selle küljes asuva ühenduslülil ja süstla küljes asuva polüetüleentoru (pikkus 8 mm, siseläbimõõt 275 mm) abil.

5.4.2.3. Meetod

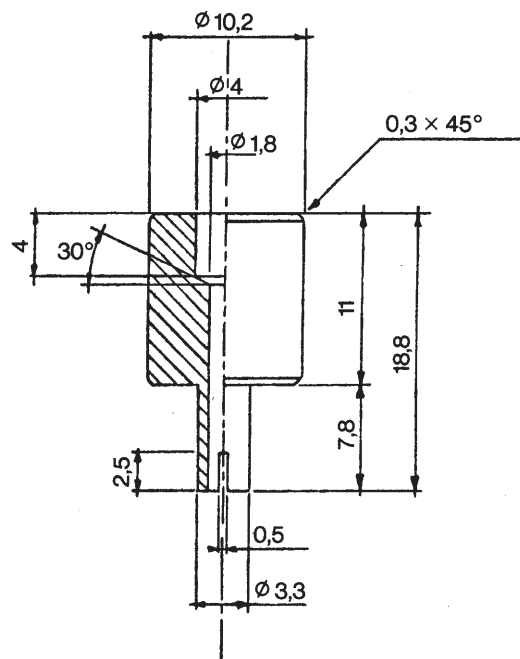
Pärast vahepudelisise vajaliku aerosooltootekoguse võtmist kinnitatakse süstla kooniline ots pudeli külge vastavalt punktile 5.4.2.2. Avatakse klapp ja imetakse sobiv kogus vedelikku. Gaasimullid eemaldatakse varbkolvi abil (vajaduse korral jahutatakse süstalt). Klapp suletakse, kui süstlas on asjakohane kogus mullivaba vedelikku, ja süstal eemaldatakse vahepudelist. Kinnitatakse nõel süstlale, süstal torgatakse gaasikromatograafi aurustisse, avatakse klapp ja süstitakse.

5.4.2.4. Sisestandard

Kui nõutakse sisestandardit, viiakse see vahepudelisise (tavalise klaassüstla ja ühenduslülil abil).



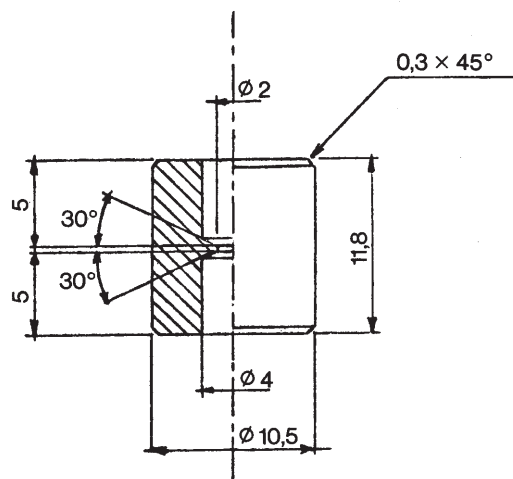
Joonis 1
Ühenduslüli P₁



Joonis 2

Ühenduslüli M_2

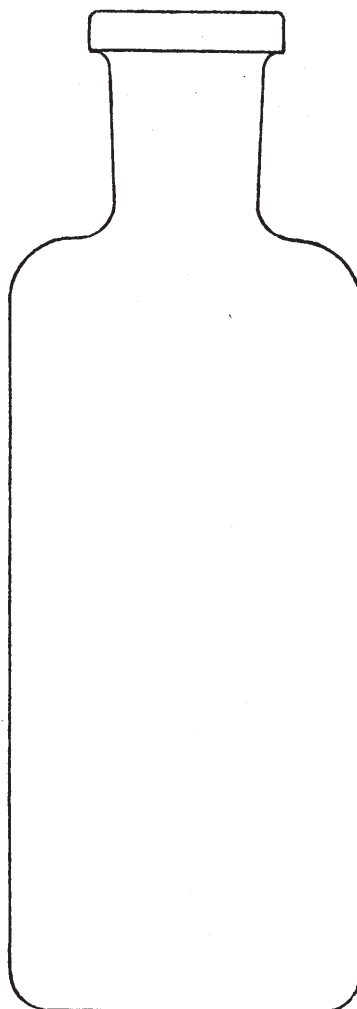
sise- ja välisklapi vahel



Joonis 3

Ühenduslüli M_1

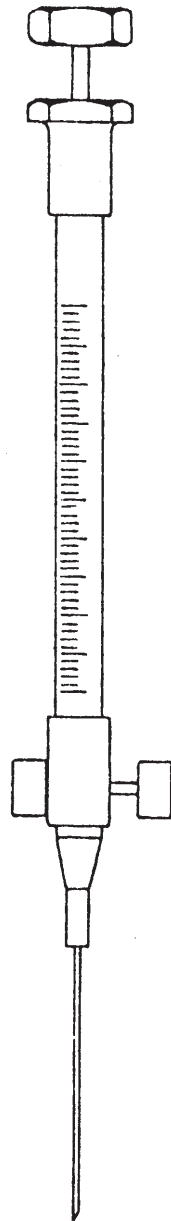
kahe välisklapi vahel



Joonis 4

Vahepudel

Maht 50–100 ml



Joonis 5

Survegaasisüstal

III. VABA NAATRIUM- JA KAALIUMHÜDROKSIIDI IDENTIFITSEERIMINE JA MÄÄRAMINE

1. RAKENDATAVUS JA RAKENDUSALA

Käesoleva meetodiga määratakse kindlaks märkimisväärseid vaba naatrium- ja/või kaaliumhüdroksiidi koguseid sisaldavate kosmeetikatoodete identifitseerimise kord ning vaba naatrium- ja/või kaaliumhüdroksiidi määramise kord juuksetugevdusvahendites ja küünenahandi eemaldamise preparaatides.

2. MÄÄRATLUS

Vaba naatrium- ja kaaliumhüdroksiid määratletakse selle alusel, kui palju standardhapet on vaja toote neutraliseerimiseks kindlaksmääratud tingimustel, ja tulemus väljendatakse vaba naatriumhüdroksiidi massiprotsendina.

3. PÕHIMÕTE

Proov lahustatakse või disperseeritakse vees ning tiitritakse standardhappega. Lahuse pH väärtus registreeritakse happe lisamise ajal: naatrium- või kaaliumhüdroksiidi lihtlahuse puhul on lõpp-punkt registreeritud pH väärtuste maksimummuutuse punkt.

Tiitrimiskõvera harilikku kulgu võivad häirida:

- ammoniaak ja muud suhteliselt lameda tiitrimiskõveraga nõrgad orgaanilised alused. Ammoniaak eemaldatakse vaakumaurustamise teel toatemperatuuril;
- nõrkade hapete soolad, mis võivad tiitrimiskõveral anda mitu käänupunkti. Sel juhul vastab vabast naatrium- või kaaliumhüdroksiidist pärineva hüdroksüüliooni neutraliseerimisele ainult kõvera esimene osa kuni esimese käänupunktini.

Alkoholis tiitrimise alternatiivmeetod esitatakse nendeks juhtudeks, kui nõrgad anorgaaniliste hapete soolad segavad määramist.

Kuigi on teoreetiline võimalus, et proovis võib esineda ka muid lahustuvaid tugevaid aluseid, nt liitiumhüdroksiidi või kvaternaarseid ammooniumhüdroksiidi, mis põhjustavad pH tõusu, on nende esinemine sellist liiki kosmeetikatoodetes väga ebatõenäoline.

4. IDENTIFITSEERIMINE

4.1. Reaktiivid

4.1.1. Aluseline standardpuhverlahus pH 9,18 temperatuuril 25 °C: 0,05 M naatriumtetraboraatdekahüdraat.

4.2. Seadmed

4.2.1. Harilikud laboratoorsed klaasnõud

4.2.2. pH-meeter

4.2.3. Klaaselektrood

4.2.4. Kalomelvõrdluselektrood.

4.3. Analüüsi käik

pH-meeter kalibreeritakse elektroodidega standardpuhverlahuse abil.

Analüüsita ast tootest valmistatakse 10 % vesilahus või -dispersioon ja filtreeritakse. Mõõdetakse pH. Kui pH on 12 või rohkem, viiakse läbi kvantitatiivne määramine.

5. MÄÄRAMINE

5.1. Tiitrimine vesikeskkonnas

5.1.1. Reaktiiv

5.1.1.1. 0,1 N soolhappe standardlahus.

5.1.2. Seadmed

5.1.2.1. Harilikud laboratoorsed klaasnõud.

5.1.2.2. pH-meeter, soovitatavalt koos isekirjutajaga.

5.1.2.3. Klaaselektrood.

5.1.2.4. Kalomelvõrdluselektrood.

5.1.3. *Analüüsi käik*

150-ml keeduklaasi kaalutakse täpne katsekogus massiga 0,5–1,0 g. Kui proovis on ammoniaaki, lisatakse veidi keemistsentreid, keeduklaas asetatakse vaakumeksikaatorisse ja veejoapumbaga eemaldatakse ammoniaak, kuni selle lõhna ei ole enam tunda (umbes kolm tundi).

Lisatakse 100 ml vett, lahustatakse või disperseeritakse jääk ning tiitritakse 0,1 N soolhappe lahusega (5.1.1.1), registreerides pH muutus (5.1.2.2).

5.1.4. *Arvutamine*

Tehakse kindlaks tiitrimiskõverate käänupunktid. Kui esimene käänupunkt asub pH väärtuse juures alla 7, ei esine proovis vaba naatrium- ega kaaliumhüdroksiidi.

Kui kõveral on rohkem kui üks käänupunkt, võetakse arvesse ainult esimest.

Märgitakse üles sellele esimesele käänupunktile vastav tiitrimislahuse kogus.

V on tiitrimislahuse kogus milliliitrites,

M on katsekoguse mass grammides.

Naatrium- ja/või kaaliumhüdroksiidi sisaldus proovis, väljendatuna naatriumhüdroksiidi massiprotsendina, arvutatakse järgmise valemi abil:

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

Võib juhtuda, et hoolimata märkimisväärse naatrium- ja/või kaaliumhüdroksiidikoguse olemasolust ei esine tiitrimiskõveral selgelt eristatavat käänupunkti. Sel juhul tuleb määramist korrata isopropanoolis.

5.2. **Tiitrimine isopropanoolis**5.2.1. *Reaktiivid*

5.2.1.1. Isopropanool.

5.2.1.2. 1,0 N soolhappe standardvesilahus.

5.2.1.3. 0,1 N soolhappe lahus isopropanoolis, mis on valmistatud vahetult enne kasutamist, lahustades 1,0 N soolhappe vesilahust isopropanooliga.

5.2.2. *Seadmed*

5.2.2.1. Harilikud laboratoorsed klaasnõud.

5.2.2.2. pH-meeter, soovitatavalt koos isekirjutajaga.

5.2.2.3. Klaaselektrood.

5.2.2.4. Kalomelvõrdluselektrood.

5.2.3. *Analüüsi käik*

150-ml keeduklaasi kaalutakse täpne katsekogus massiga 0,5–1,0 g. Kui proovis on ammoniaaki, lisatakse veidi keemistsentreid, keeduklaas asetatakse vaakumeksikaatorisse ja veejoapumbaga eemaldatakse ammoniaak, kuni selle lõhna ei ole enam tunda (umbes kolm tundi).

Lisatakse 100 ml isopropanooli, lahustatakse või disperseeritakse jääk ning tiitritakse 0,1 N soolhappega isopropanoolis (5.2.1.3), registreerides nähtava pH muutus (5.2.2.2).

5.2.4. *Arvutamine*

Analoogselt punktiga 5.1.4. Esimene käänupunkt on nähtav umbes pH 9 juures.

5.3. **Korratavus** ⁽¹⁾

Kui naatrium- või kaaliumhüdroksiidi sisaldus naatriumhüdroksiidina on 5 massiprotsendi piires, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe absoluutväärtuses ületada 0,25 %.

⁽¹⁾ Vt ISO/DIS 5725.

IV. OBLIKHAPPE JA SELLE ALUSELISTE SOOLADE MÄÄRAMINE JA IDENTIFITSEERIMINE JUUKSEHOOLDUSVAHENDITES

1. RAKENDATAVUS JA RAKENDUSALA

Allpool kirjeldatud meetod sobib oblikhappe ja selle aluseliste soolade määramiseks ja identifitseerimiseks juuksehooldusvahendites. Seda võib kasutada värvitute vesi-/alkoholilahuste ja losjoonide puhul, mis sisaldavad umbes 5 % oblikhapet või samaväärses koguses aluselisi oksalaate.

2. MÄÄRATLUS

Käesoleva meetodi kohaselt määratud oblikhappe ja/või selle aluseliste soolade sisaldust väljendatakse vaba oblikhappe massiprotsendina proovis.

3. PÕHIMÕTE

Pärast mis tahes anioonse pindaktiivse aine eemaldamist p-toluidiinhüdrokloriidiga sadestatakse oblikhappe ja/või oksalaadid kaltsiumoksalaadina ja lahus filtreeritakse. Sade lahustatakse väävelhappes ja tiitritakse kaaliumpermanganaadiga.

4. REAKTIIVID

Kõik reaktiivid peaksid olema analüütiliselt puhtad.

- 4.1. 5massiprotsendiline ammooniumatsetaadi lahus.
- 4.2. 10massiprotsendiline kaltsiumkloriidi lahus.
- 4.3. 95mahuprotsendiline etanool.
- 4.4. Tetrakloorsüsinik.
- 4.5. Dietüüleeter.
- 4.6. 6,8massiprotsendiline p-toluidiindihüdrokloriidi lahus.
- 4.7. 0,1 % N kaaliumpermanganaadi lahus.
- 4.8. 20massiprotsendiline väävelhape.
- 4.9. 10massiprotsendiline soolhape.
- 4.10. Naatriumatsetaatrihüdraat.
- 4.11. Jää-äädikhape.
- 4.12. Väävelhape (1:1).
- 4.13. Baariumhüdroksiidi küllastunud lahus.

5. SEADMED

- 5.1. Jaotuslehtid, 500 ml.
- 5.2. Keeduklaasid, 50 ml ja 600 ml.
- 5.3. Klaasfiltertiigid, G-4.
- 5.4. Mõõtsilindrid, 25 ml ja 100 ml.
- 5.5. Pipetid, 10 ml.
- 5.6. Imikolid, 500 ml.
- 5.7. Veejoapump.
- 5.8. Termomeeter, gradueeritud vahemikus 0–100 °C.
- 5.9. Magnetsegaja, küttekehaga.
- 5.10. Magnetsegaja pulgakased, tefloniga kaetud.
- 5.11. Bürett, 25 ml.
- 5.12. Koonilised kolvid, 250 ml.

6. ANALÜÜSI KÄIK

- 6.1. 50-ml keeduklaasi kaalutakse 6–7 g proovi, pH viiakse lahjendatud soolhappes (4.9) 3-ni ja pestakse see 100 ml destilleeritud veega jaotuslehtrisse. Lisatakse järjest 25 ml etanooli (4.3), 25 ml p-toluidiindihüdrokloriidi lahust (4.6) ja 25–30 ml tetrakloorsüsinikku (4.4) ning loksutatakse segu tugevasti.
- 6.2. Pärast faaside eraldumist eemaldatakse alumine (orgaaniline) faas, korraldatakse ekstraheerimist punktis 6.1 nimetatud reaktiividega ja eemaldatakse uuesti orgaaniline faas.
- 6.3. Vesilahus pestakse 600-ml keeduklaasi ja allesjäänud tetrakloorsüsinik eemaldatakse lahuse keetmisega.
- 6.4. Lisatakse 50 ml ammooniumatsetaadi lahust (4.1), aetakse lahus keema (5.9) ja keeva lahusesse lisatakse segades 10 ml kuuma kaltsiumkloriidi lahust (4.2); lastakse sademel settida.

- 6.5. Veendumaks, et sadestumine oleks täielik, lisatakse mõned tilgad kaltsiumkloriidi lahust (4.2), lastakse jahtuda toatemperatuurini ja seejärel segatakse lahusesse 200 ml etanooli (4.3); (5.10) jäetakse 30 minutiks seisma.
- 6.6. Vedelik filtreeritakse läbi klaasfiltertiigli (5.3), sade kantakse väikse koguse kuuma veega (50–60 °C) filtertiiglisse ja sadet pestakse külma veega.
- 6.7. Sadet pestakse viis korda väikse koguse etanooliga (4.3) ja seejärel viis korda väikse koguse dietüüleetri (4.5) ning lahustatakse see 50 ml-s kuumas väävelhappes (4.8), imedes väävelhappe vaakumi abil läbi filtertiigli.
- 6.8. Lahus kantakse kadudeta koonilisse kolbi (5.11) ja tiitritakse kaaliumpermanganaadi lahusega (4.7), kuni tekib heleroosa värvus.

7. ARVUTAMINE

Proovi oblikhappesisaldust väljendatakse massiprotsendina ja arvutatakse järgmise valemi alusel:

$$\text{oblikhappe massiprotsent} = \frac{A \times 4,50179 \times 100}{E \times 1\,000}$$

kus:

A – punkti 6.8 kohaselt mõõdetud ja tiitrimiseks kulunud 0,1 N kaaliumpermanganaadi lahuse kogus;

E – proovi katsekogus grammides (6.1);

4,50179 – oblikhappe muundustegur.

8. KORRATAVUS (1)

Kui oblikhappesisaldus on umbes 5 %, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe absoluutväärtuses ületada 0,15 %.

9. IDENTIFITSEERIMINE

9.1. Põhimõte

Oblikhappe ja/või oksalaadid sadestatakse kaltsiumoksalaadina ja lahustatakse väävelhappes. Lahusele lisatakse väike kogus kaaliumpermanganaadi lahust, lahus muutub värvituks ja tekib süsinikdioksiid. Kui tekkinud süsinikdioksiid juhitakse läbi baariumhüdroksiidi lahuse, tekib valge (piimjas) baariumkarbonaadi sade.

9.2. Analüüsi käik

- 9.2.1. Analüüsitava proovi töödeldakse punktides 6.1–6.3 kirjeldatud viisil; sedasi eemaldatakse kõik detergendid.
- 9.2.2. Umbes 10 ml-le punkti 9.2.1 kohaselt saadud lahusele lisatakse spaatliotsatäis naatriumatsetaati (4.10) ja lahus hapestatakse mõne tilga jää-äädikhappes (4.11).
- 9.2.3. Lisatakse 10 % kaltsiumkloriidi lahust (4.2) ja filtreeritakse. Kaltsiumoksalaadi sade lahustatakse 2 ml väävelhappes (1:1) (4.12).
- 9.2.4. Lahus kantakse katseklaasi ja lisatakse tilkhaaval umbes 0,5 ml 0,1 N kaaliumpermanganaadi lahust (4.7). Kui proovis on oksalaati, kaotab lahus värvuse esialgu järk-järgult ja seejärel kiiresti.
- 9.2.5. Vahetult pärast kaaliumpermanganaadi lahuse lisamist asetatakse katseklaasi peale sobiv korgiga katseklaas, soojendatakse sisu pisut ja tekkinud süsinikdioksiid juhitakse küllastunud baariumhüdroksiidi lahusesse (4.13). 3–5 minutit pärast ilmuv piimjas baariumkarbonaadi sade viitab oblikhappe olemasolule.

(1) Vt ISO/DIS 5725.

V. KLOOROFORMI MÄÄRAMINE HAMBAPASTAS

1. RAKENDATAVUS JA RAKENDUSALA

Käesolevat meetodit kasutatakse kloroformi gaasikromatograafiliseks määramiseks hambapastas. Meetodit saab kasutada, kui kloroformisisaldus on 5 % või vähem.

2. MÄÄRATLUS

Käesoleva meetodiga määratud kloroformisisaldust väljendatakse massiprotsendina tootes.

3. PÕHIMÕTE

Hambapasta suspenseeritakse dimetüülformamiidi ja metanooli segus, millele on lisatud sisestandardina teadaolev kogus atsetonitriili. Pärast tsentrifuugimist analüüsitakse osa vedelast faasist gaasikromatograafiliselt ja arvutatakse kloroformisisaldus.

4. REAKTIIVID

Kõik reaktiivid peavad olema analüütiliselt puhtad.

4.1. *Porapak Q, Chromosorb 101* või samaväärne, 80–100 mešši.

4.2. Atsetonitriil.

4.3. Kloroform.

4.4. Dimetüülformamiid.

4.5. Metanool.

4.6. Sisestandardi lahus.

50-ml mõõtekolbi pipeteeritakse 5 ml dimetüülformamiidi (4.4) ja lisatakse umbes 300 mg (M mg) täpselt kaalutud atsetonitriili. Kolb täidetakse dimetüülformamiidiga margini ja segatakse.

4.7. Lahus suhtelise kalibreerimisteguri määramiseks. 10-ml mõõtekolbi pipeteeritakse täpselt 5 ml sisestandardi lahust (4.6) ja lisatakse umbes 300 mg (M_1 mg) täpselt kaalutud kloroformi. Kolb täidetakse dimetüülformamiidiga margini ja segatakse.

5. SEADMED JA VARUSTUS

5.1. Analüütilised kaalud.

5.2. Leekionisatsioonidetektoriga gaasikromatograaf.

5.3. Mikrosüstal, mahuga 5–10 µl, gradueeritud täpsusega 0,1 µl.

5.4. Mahtpipetid, mahuga 1,4 ja 5 ml.

5.5. Mõõtekolvid, 10 ja 50 ml.

5.6. Katseklaasid, umbes 20 ml, keeratava korgiga, *Sovirel France nr 20* või samaväärsed. Keeratava korgi sees on tihend, mis on ühelt poolt kaetud tefloniga.

5.7. Tsentrifuug.

6. ANALÜÜSI KÄIK

6.1. Sobivad gaasikromatograafia tingimused

6.1.1. Kolonni materjal: klaas,

pikkus: 150 cm,

siseläbimõõt: 4 mm,

välisläbimõõt: 6 mm.

6.1.2. Kolonn täidetakse vibraatori abil *Porapak Q, Chromosorb 101* või muu samaväärse 80–100 mešši suuruse (4.1) täidisega.

6.1.3. Leekionisatsioonidetektor: reguleeritakse selline tundlikkus, et 3 µl lahuse (4.7) sisseviimisel on atsetonitriili piik umbes $\frac{3}{4}$ kogu skaala ulatusest.

6.1.4. Gaasid:

Kandegaas, lämmastik, voolukiirus 65 ml/min.

Abigaasid: gaaside vool detektorisse reguleeritakse nii, et õhu või hapniku vool oleks 5–10 korda suurem kui vesiniku vool.

6.1.5. *Temperatuurid:*

Aurusti	210 °C,
Detektor	210 °C,
Termostaat	175 °C.

6.1.6. *Isekirjuti lindi liikumiskiirus:*

umbes 100 cm tunnis.

6.2. **Proovi ettevalmistamine**

Analüüsitav proov võetakse avamata tuubist. Eemaldatakse üks kolmandik sisust, pannakse kork peale tagasi, segatakse hoolikalt tuubi sisu ja seejärel võetakse katsekogus.

6.3. **Määramine**

6.3.1. Keeratava korgiga katseklaasi (5.6) kaalutakse täpsusega 10 mg punkti 6.2 kohaselt ettevalmistatud pastat 6–7 g (M_0 g) ja lisatakse kolm väikest klaashelmest.

6.3.2. Katseklaasi pipeteeritakse täpselt 5 ml sisestandardi lahust (4.6), 4 ml dimetüülformamiidi (4.4) ja 1 ml metanooli, suletakse see korgiga ja segatakse.

6.3.3. Loksutatakse pool tundi mehaanilisel loksutil, tsentrifuugitakse suletud katseklaasi 15 minutit sellisel kiirusel, et faasid selgelt eralduksid.

Märkus: Mõnikord juhtub, et vedel faas on pärast tsentrifuugimist ikka hägune. Seda on võimalik mõnevõrra parandada, kui lisada vedelale faasile 1-2 g naatriumkloriidi, lasta settida ja siis uuesti tsentrifuugida.

6.3.4. Süstitakse 3 µl kõnealust lahust (6.3.3) punktis 6.1 kirjeldatud tingimustel. Korratakse toimingut. Eespool esitatud tingimustel on retentsiooniajad orienteeruvalt järgmised:

metanool	umbes üks minut,
atsetonitriil	umbes 2,5 minutit,
kloroform	umbes 6 minutit,
dimetüülformamiid	> 15 minutit.

6.3.5. *Suhtelise kalibreerimisteguri määramine*

Kõnealuse teguri määramiseks süstitakse 3 µl lahust (4.7). Korratakse toimingut. Suhteline kalibreerimistegur määratakse iga päev.

7. ARVUTUSED

7.1. **Suhtelise kalibreerimisteguri arvutamine**

7.1.1. Mõõdetakse atsetonitriili ja kloroformi piigi kõrgus ja piigi laius poolkõrgusel ning arvutatakse mõlema piigi pindala järgmise valemi alusel: kõrgus × laius poolkõrgusel.

7.1.2. Määratakse atsetonitriili ja kloroformi piigi pindala punkti 6.3.5 kohaselt saadud kromatogrammidel ning arvutatakse suhtelised kalibreerimistegurid järgmise valemi alusel:

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

kus:

f_s = kloroformi suhteline kalibreerimistegur;

A_s = kloroformi piigi pindala (6.3.5);

A_i = atsetonitriili piigi pindala (6.3.5);

M_s = kloroformi kogus milligrammides 10 ml-s punktis 6.3.5 osutatud lahuses (M_1);

M_i = atsetonitriili kogus milligrammides 10 ml-s punktis 6.3.5 osutatud lahuses (1/10 M).

Arvutatakse saadud näitude keskmine.

7.2. Kloroformisisalduse arvutamine

7.2.1. Kooskõlas punktiga 7.1.1 arvutatakse kloroformi ja atsetonitriili piigi pindala punktis 6.3.4 kirjeldatud viisil saadud kromatogrammidel.

7.2.2. Hambapasta kloroformisisaldus arvutatakse järgmise valemi alusel:

$$\% X = \frac{As \cdot Mi}{f_s \cdot M_{sx} \cdot Ai} \cdot 100 \% = \frac{As \cdot M}{f_s \cdot Ai \cdot M_o} \cdot 100$$

kus:

% X = hambapasta kloroformisisaldus massiprotsentides;

As = kloroformi piigi pindala (6.3.4);

Ai = atsetonitriili piigi pindala (6.3.4);

M_{sx} = punktis 6.3.1 osutatud proovi mass milligrammides (= 1000 × M_o);

Mi = atsetonitriili kogus milligrammides 10 ml-s punkti 6.3.2 kohaselt saadud lahuses (1/10 M).

Arvutatakse leitud tulemuste keskmine ja väljendatakse täpsusega 0,1 %.

8. KORRATAVUS (1)

Kui kloroformisisaldus on umbes 3 %, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe absoluutväärtuses ületada 0,3 %.

VI. TSIINGI MÄÄRAMINE

1. RAKENDATAVUS JA RAKENDUSALA

Käesolev meetod sobib tsiingi määramiseks, kui see esineb kosmeetikatootes kloriidina, sulfaadina või 4-hüdroksübenseensulfonaadina või mitme kõnealuse tsiingisoola segus.

2. MÄÄRATLUS

Proovi tsiingisisaldus määratakse gravimeetriliselt bis(2-metüül-8-kinolüüloksiidi) järgi ja väljendatakse tsiingi massiprotsendina tootes.

3. PÕHIMÕTE

Lahuses olev tsink sadestatakse happelises keskkonnas bis(2-metüül-8-kinolüüloksiidina). Pärast filtreerimist sade kuivatatakse ja kaalutakse.

4. REAKTIIVID

Kõik reaktiivid peaksid olema analüütiliselt puhtad.

4.1. 25massiprotsendiline kontsentreeritud ammoniaak; $d \frac{20}{4} = 0 \cdot 91$.

4.2. Jää-äädikhape.

4.3. Ammooniumatsetaat.

4.4. 2-metüül-8-kinolüüloksiid.

4.5. 6massi/mahuprotsendiline ammoniaagilahus.

240 g kontsentreeritud ammoniaaki (4.1) viiakse 1000-ml mõõtekolbi, see täidetakse destilleeritud veega märgini ja segatakse.

4.6. 0,2 M ammooniumatsetaadi lahus.

15,4 g ammooniumatsetaati (4.3) lahustatakse destilleeritud vees, 1000-ml mõõtekolvis viiakse maht märgini ja segatakse.

4.7. 2-metüül-8-kinolüüloksiidi lahus.

5 g 2-metüül-8-kinolüüloksiidi lahustatakse 12 ml-s jää-äädikhappes ja viiakse destilleeritud veega 100-ml mõõtekolbi. Kolb täidetakse destilleeritud veega märgini ja segatakse.

5. SEADMED JA VARUSTUS

5.1. Standardmõõtekolvid, 100 ja 1 000 ml.

5.2. Keeduklaasid, 400 ml.

5.3. Mõõtsilindrid, 50 ml ja 150 ml.

5.4. Mõõtepipetid, 10 ml.

(1) Vt ISO/DIS 5725.

- 5.5. Klaasfiltritiigid, G-4.
- 5.6. Imikolvid, 500 ml.
- 5.7. Veejoapump.
- 5.8. Termomeeter, gradueeritud vahemikus 0–100 °C.
- 5.9. Eksikaator sobiva niiskuseelaja ja niiskuse indikaatoriga, näit silikageeli või muu samaväärsega.
- 5.10. Kuivatuskapp, reguleeritud temperatuurile 150 ± 2 °C.
- 5.11. pH-meeter.
- 5.12. Kuumutusplaat.

6. ANALÜÜSI KÄIK

- 6.1. 400-ml keeduklaasi kaalutakse 5–10 g (M grammi) analüüsivat proovi, mis sisaldab umbes 50–100 mg tsinki, lisatakse 50 ml destilleeritud vett ja segatakse.
- 6.2. Iga lahuses (6.1) oleva 10 mg tsingi kohta lisatakse 2 ml 2-metiül-8-kinolüüloksiidi lahust (4.7) ja segatakse.
- 6.3. Segu lahjendatakse 150 ml destilleeritud veega, soojendatakse temperatuurini 60 °C (5.12) ja lisatakse pidevalt segades 45 ml 0,2 M ammooniumatsetaadi lahust (4.6).
- 6.4. 6 % ammoniaagilahusega (4.5) reguleeritakse lahuse pH vahemikku 5,7–5,9, lahust pidevalt segades; lahuse pH mõõtmiseks kasutatakse pH-meetrit.
- 6.5. Lahusel lastakse seista 30 minutit. Filtreeritakse joapumba abil läbi G-4 filtritiigli, mida on eelnevalt kuivatatud (temperatuuril 150 °C) ja pärast jahutamist kaalutud (M_0 g), ning sadet pestakse 150 ml destilleeritud veega, mille temperatuur on 95 °C.
- 6.6. Tiigel asetatakse kuivatusahju, mis on reguleeritud temperatuurile 150 °C ja kuivatatakse üks tund.
- 6.7. Tiigel võetakse kuivatusahjust välja, asetatakse eksikaatorisse (5.9) ja kui see on jahtunud toatemperatuurini, määratakse mass (M_1 g).

7. ARVUTAMINE

Proovi tsingisisaldus arvutatakse massiprotsendina (% m/m) järgmise valemi abil:

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

kus:

M = punkti 6.1 kohaselt võetud proovimass grammides;

M_0 = tühja ja kuiva filtritiigli (6.5) mass;

M_1 = sademega filtritiigli (6.7) mass grammides.

8. KORRATAVUS (1)

Kui tsingisisaldus on umbes 1 massiprotsent, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe absoluutväärtuses ületada 0,1 %.

VII. 4-HÜDROKSÜBENSEENSULFOONHAPPE MÄÄRAMINE JA IDENTIFITSEERIMINE

1. RAKENDATAVUS JA RAKENDUSALA

Käesolev meetod sobib 4-hüdroksübensensulfoonhappe määramiseks ja identifitseerimiseks sellistes kosmeetika toodetes nagu aerosoolid ja näoveed.

2. MÄÄRATLUS

Käesoleva meetodi kohaselt määratud 4-hüdroksübensensulfoonhappe sisaldust väljendatakse veevaba tsink-4-hüdroksübensensulfonaadi massiprotsendina tootes.

(1) Vt ISO/DIS 5725.

3. PÕHIMÕTE

Katsekogus kontsenteeritakse alarõhu juures, lahustatakse vees ja puhastatakse kloroformiga ekstraheerides. 4-hüdroksübenseensulfoonhape määratakse filtreeritud vesilahuses jodomeetriselt.

4. REAKTIIVID

Kõik reaktiivid peaksid olema analüütiliselt puhtad.

4.1. 36massiprotsendiline kontsenteeritud soolhape $\left(d \frac{20}{4} = 1 \cdot 18\right)$.

4.2. Kloroform.

4.3. 1-butanool.

4.4. Jää-äädikhape.

4.5. Kaaliumjodiid.

4.6. Kaaliumbromiid.

4.7. Naatriumkarbonaat.

4.8. Sulfaniilhape.

4.9. Naatriumnitrit.

4.10. 0,1 N kaaliumbromaat.

4.11. 0,1 N naatriumtiosulfaadi lahus.

4.12. 1massi/mahuprotsendiline tärglise vesilahus.

4.13. 2massi/mahuprotsendiline naatriumkarbonaadi vesilahus.

4.14. 4,5massi/mahuprotsendiline naatriumnitriti vesilahus.

4.15. 0,05massi/mahuprotsendiline ditisoonilahus kloroformis.

4.16. Eluent: 1-butanool, jää-äädikhape, vesi (mahuvahekorras 4:1:5), pärast segamist jaotuslehtis visatakse alumine faas ära.

4.17. Pauly reaktiiv

4,5 g sulfaniilhapat (4.8) lahustatakse 45 ml kontsenteeritud soolhappes (4.1), kuumutatakse ja lahjendatakse lahust veega kuni 500 ml saamiseni. 10 ml kõnealust lahust jahutatakse jääveega kausis ja lisatakse segades 10 ml külma naatriumnitriti lahust (4.14). Lahus jäetakse seisma 15 minutiks temperatuuril 0 °C (sellel temperatuuril püsib lahus stabiilne 1–3 päeva) ja vahetult enne pihustamist (7.5) lisatakse 20 ml naatriumkarbonaadi lahust (4.13).

4.18. Valmis tselloosplaadid õhekihikromatograafiaks (ÕKK); suurus 20 × 30 cm, adsorbendikihi paksus 0,25 mm.

5. SEADMED JA VARUSTUS

5.1. Lihvkorgiga ümarkolvid, 100 ml.

5.2. Jaotuslehter, 100 ml.

5.3. Lihvkorgiga kooniline kolb, 250 ml.

5.4. Bürett, 25 ml.

5.5. Mahtpipetid, 1, 2 ja 10 ml.

5.6. Mõõtepipett, 5 ml.

5.7. Mikrosüstal mahuga 10 µl, gradueeritud täpsusega 0,1 µl.

5.8. Termomeeter, gradueeritud vahemikus 0–100 °C.

5.9. Küttekehaga varustatud veevann.

5.10. Kuivatuskapp, hästi ventileeritav ja reguleeritud temperatuurile 80 °C.

5.11. Tavalised õhekihikromatograafia seadmed.

6. PROOVI ETTEVALMISTAMINE

Allpool kirjeldatud meetodi korral kasutatakse hüdroksübenseensulfoonhappe identifitseerimiseks ja määramiseks aerosoolides jääki, mis saadakse, kui aerosoolpakendist on eemaldatud normaalrõhul aurustuvad lahustid ja propellendid.

7. IDENTIFITSEERIMINE

7.1. Mikrosüstalaga viiakse 5 µl jääki (6) või proovi igasse stardijoonesse kuude punkti 1 cm kaugusele ÕKK plaadi alumisest äärest (4.18).

7.2. Plaat asetatakse kromatograafiakambrisse, milles on juba eluent (4.16) ja hoitakse seda seal niikaua, kuni lahusti on tõusnud 15 cm kaugusele stardijoonest.

7.3. Plaat võetakse vannist välja ja kuivatatakse temperatuuril 80 °C kuni äädikhappe lõhna ei ole enam tunda. Plati pritsitakse naatriumkarbinaadi lahusega (4.13) ja kuivatatakse õhu käes.

- 7.4. Pool plaadist kaetakse klaasplaadiga kinni ja katmata osa pritsitakse 0,05 % ditisoonilahusega (4.15). Purpurpunaste laikude ilmumine kromatogrammil viitab tsingiioonide olemasolule.
- 7.5. Plaadi pritsitud pool kaetakse klaasplaadiga kinni ja teist poolt pritsitakse Pauly reaktiiviga (4.17). 4-hüdroksübenseensulfoonhappe olemasolu korral ilmub kollakaspruun laik, mille R_f väärtus on umbes 0,26, kuid kromatogrammil esinev kollane laik, mille R_f väärtus on umbes 0,45, viitab 3-hüdroksübenseensulfoonhappe olemasolule.
8. MÄÄRAMINE
- 8.1. 100-ml ümarkolbi kaalutakse 10 g proovi või jääki (6) ja aurustatakse veevanni kohal, mille temperatuur on 40 °C, rotaatoraurutiga vaakumis peaaegu kuivaks.
- 8.2. Kolbi pipeteeritakse 10,0 ml (V₁ ml) vett ja lahustatakse aurutusjääk (8.1) kuumutades.
- 8.3. Lahus viiakse kadudeta jaotuslehtrisse (5.2) ja ekstraheeritakse vesilahust kaks korda 20 ml kloroformiga (4.2). Pärast iga ekstraheerimist visatakse kloroformifaas ära.
- 8.4. Vesilahus filtreeritakse läbi kurdfiltrit. Sõltuvalt eeldatavast hüdroksübenseensulfoonhappe sisaldusest pipeteeritakse 1,0–2,0 ml (V₂) filtraati 250-ml koonilisse kolbi (5.3) ja lahjendatakse veega 75 ml-ni.
- 8.5. Lisatakse 2,5 ml 36 % soolhapet (4.1) ja 2,5 g kaaliumbromiidi (4.6), segatakse ning kuumutatakse lahust veevannil temperatuurini 50 °C.
- 8.6. Büretist lisatakse 0,1 N kaaliumbromaati (4.10) kuni lahus, mida hoitakse ikka veel 50 °C juures, muutub kollaseks.
- 8.7. Lisatakse veel 3,0 ml kaaliumbromaadi lahust (4.10), suletakse kolb ja lastakse kümme minutit seista veevannil temperatuuril 50 °C.
- Kui lahus kaotab kümme minuti pärast värvuse, lisatakse veel 2,0 ml kaaliumbromaadi lahust (4.10), suletakse kolb ja kuumutatakse kümme minutit veevannil temperatuuril 50 °C. Märgitakse üles lisatud kaaliumbromaadi lahuse üldkogus (a).
- 8.8. Lahus jahutatakse toatemperatuurini, lisatakse 2 g kaaliumjodiidi (4.5) ja segatakse.
- 8.9. Tiitritakse moodustunud jood 0,1 N naatriumtiosulfaadi lahusega (4.11). Tiitrimise lõpul lisatakse indikaatorina mõned tilgad tärgliselahust (4.12). Märgitakse üles kasutatud naatriumtiosulfaadi kogus (b).

9. ARVUTAMINE

Proovi või jäägi (6) tsink-hüdroksübenseensulfoonaadi sisaldus arvutatakse massiprotsendina (% m/m) järgmise valemi abil:

$$\text{tsink-hüdroksübenseensulfoonaasi massiprotsent} = \frac{(a - b) \times V_1 \times 0,00514 \times 100}{m \times V_2}$$

kus:

a = lisatud 0,1 N kaaliumbromaadi lahuse üldkogus milliliitrites (8.7),

b = tagasiitiitrimiseks kasutatud 0,1 N naatriumtiosulfaadi lahuse kogus milliliitrites (8.9),

m = analüüsitud toote või jäägi kogus milligrammides (8.1),

V₁ = punkti 8.2 kohaselt saadud lahuse maht milliliitrites,

V₂ = analüüsiks kasutatud lahustatud aurutusjäägi maht milliliitrites (8.4).

Märkus: Aerosoolide puhul tuleb jäägi (6) mõõtmise tulemust massiprotsentides väljendada originaaltoote suhtes. Sellise teisenduse korral juhendatakse aerosoolidest proovi võtmise eeskirjadest.

10. KORRATAVUS (1)

Kui tsink-hüdroksübenseensulfonaadi sisaldus on umbes 5 %, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe absoluutväärtuses ületada 0,5 %.

11. TULEMUSTE TÕLGENDAMINE

Vastavalt kosmeetikatooteid käsitlevale nõukogu direktiivile 76/768/EMÜ on tsink-4-hüdroksübenseensulfonaadi maksimaalne lubatud sisaldus näovetes ja deodorantides 6 massiprotsenti. See tähendab, et lisaks hüdroksübenseensulfoonhappe sisaldusele tuleb määrata ka tsingisisaldus. Korrutades arvutatud tsink-hüdroksübenseensulfinaadi sisaldus (9) teguriga 0,1588, saadakse minimaalne tsingisisaldus massiprotsentides, mis peaks teoreetiliselt tootes esinema, silmas pidades mõõdetud hüdroksübenseensulfoonhappe sisaldust. Kuid tegelikult gravimeetriliselt mõõdetud (vt asjaomased sätted) tsingisisaldus võib olla suurem, kuna kosmeetikatoodetes võidakse kasutada ka tsinkkloriidi ja tsinksulfaati.

(1) Vt ISO/DIS 5725.