

Suomenkielinen laitos

## Lainsäädäntö

---

Sisältö

### I Säädökset, jotka on julkaistava

- ★ **Komission direktiivi 95/31/EY, annettu 5 päivänä heinäkuuta 1995, elintarvikkeissa sallittujen makeutusaineiden erityisistä puhtausvaatimuksista . . . . . 1**
- ★ **Kuudes komission direktiivi 95/32/EY, annettu 7 päivänä heinäkuuta 1995, kosmeettisten valmisteiden koostumuksen tarkistamisessa tarvittavista analyysimenetelmistä . . . . . 20**

2

**FI**

Säädökset, joiden otsikot on painettu laihalla kirjasintyyppillä, ovat maatalouspolitiikan alaan kuuluvia juoksevien asioiden hoitoon liittyviä säädöksiä, joiden voimassaoloaika on yleensä rajoitettu.

Kaikkien muiden säädösten otsikot on painettu lihavalla kirjasintyyppillä ja merkitty tähdellä.

## I

(Säädökset, jotka on julkaistava)

**KOMISSION DIREKTIIVI 95/31/EY,**

annettu 5 päivänä heinäkuuta 1995,

**elintarvikkeissa sallittujen makeutusaineiden  
erityisistä puhtausvaatimuksista**

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon elintarvikkeissa sallittuja lisäaineita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 21 päivänä joulukuuta 1988 annetun neuvoston direktiivin 89/107/ETY<sup>(1)</sup>, sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 94/34/EY<sup>(2)</sup>, ja erityisesti sen 3 artiklan 3 kohdan a alakohdan,

on kuullut elintarvikealan tiedekomiteaa asiasta,

sekä katsoo, että

on tarpeen vahvistaa puhtausvaatimukset kaikkien elintarvikkeissa käytettäväksi tarkoitetuista makeutusaineista 30 päivänä kesäkuuta 1994 annetussa Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivissä 94/35/EY<sup>(3)</sup> mainittujen makeutusaineiden osalta,

on tarpeen ottaa huomioon väriaineiden spesifikaatiot ja analyttiset tekniikat, sellaisina kuin *Codex Alimentarius* ja Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) (FAO:n ja WHO:n yhteinen elintarvikelisiä aineita käsittelevä asiantuntijakomitea) ovat ne vahvistaneet,

lisäaineet, joita valmistetaan sellaisin menetelmin tai sellaisista raaka-aineista, jotka poikkeavat elintarvikealan tiedekomitean arviointiin sisältyvistä tai tässä direktiivissä mainituista menetelmistä tai raaka-aineista, olisi toimitettava elintarvikealan tiedekomitealle täydellisesti arvioitavaksi painottaen erityisesti puhtausvaatimuksia, ja

tässä direktiivissä säädetyt toimenpiteet ovat pysyvän elintarvikekomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

*1 artikla*

1. Liitteessä vahvistetaan direktiivissä 94/35/EY mainittujen makeutusaineiden osalta direktiivin 89/107/ETY 3 artiklan 3 kohdan a alakohdassa tarkoitettut puhtausvaatimukset.

2. Tämän direktiivin liitteessä makeutusaineiden E 420(i), E 420(ii) ja E 421 osalta esitetyt puhtausvaatimukset korvaavat kyseisten aineiden osalta neuvoston direktiivin 78/663/ETY<sup>(4)</sup> liitteessä esitetyt puhtausvaatimukset.

*2 artikla*

1. Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät lait, asetukset ja hallinnolliset määräykset voimaan viimeistään 1 päivänä heinäkuuta 1996. Niiden on ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

Näissä jäsenvaltioiden antamissa säädöksissä on viitattava tähän direktiiviin tai niihin on liitettävä tällainen viittaus, kun ne virallisesti julkaistaan. Jäsenvaltioiden on säädettävä siitä, miten viittaukset tehdään.

2. Tuotteita, jotka on saatettu markkinoille tai joihin on tehty merkinnät ennen tätä päivämäärää, ja

<sup>(1)</sup> EYVL N:o L 40, 11.2.1989, s. 27

<sup>(2)</sup> EYVL N:o L 237, 10.9.1994, s. 1

<sup>(3)</sup> EYVL N:o L 237, 10.9.1994, s. 3

<sup>(4)</sup> EYVL N:o L 223, 14.8.1978, s. 7

jotka eivät ole tämän direktiivin mukaisia, saa kuitenkin pitää kaupan kunnes varastot on myyty loppuun.

*4 artikla*

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

*3 artikla*

Tehty Brysselissä 5 päivänä heinäkuuta 1995.

Tämä direktiivi tulee voimaan kahdentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

*Komission puolesta*

Martin BANGEMANN

*Komission jäsen*

## LIITE

## E 420(i) SORBITOLI

## Synonyymit

D-glusitoli, D-sorbitoli

## Määritelmä

*Kemiallinen nimi*

D-glusitoli

*Einecs*

200-061-5

*E-numero*

E 420(i)

*Kemiallinen kaava*C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>*Suhteellinen molekyyli­massa*

182,17

*Pitoisuus*

Vähintään 97,0% glysitoleja yhteensä ja vähintään 91,0% D-sorbitolia laskettuna kuivapainosta.

Glysitolit ovat yhdisteitä, joiden rakennekaava on CH<sub>2</sub>OH-(CHOH)<sub>n</sub>-CH<sub>2</sub>OH, jossa "n" on kokonaisluku.

## Kuvaus

Valkoinen hygroskooppinen jauhe, kiteinen jauhe, hiuta­leet tai rakeet, joilla on makea maku.

## Tunnistaminen

A. *Liukoisuus*

Hyvin liukoinen veteen; niukkaliukoinen etanoliin.

B. *Sulamisväli*

88 °C—102 °C

C. *Sorbitolimonobentsylideenijohdan­nainen*

Lisää 5 g:aan näytettä 7 ml metanolia, 1 ml bentsaldehy­diä ja 1 ml suolahappoa. Sekoita ja ravistele koneellisessa ravistelijassa kunnes muodostuu kiteitä. Suodata imun avulla, liuota kiteet 20 ml:aan kiehuvaa vettä, joka sisäl­ittää 1 g natriumbikarbonaattia, suodata kuumana. Jääh­dytä suodos, suodata imun avulla, pese 5 ml:lla metanoli­vesiseosta (1:2) ja kuivata ilmassa. Näin saadut kiteet sulavat 173 °C—179 °C:ssa.

## Puhtaus

*Vesipitoisuus*

Enintään 1% (Karl Fischerin menetelmä)

*Sulfaattituhka*

Enintään 0,1% laskettuna kuivapainosta

*Pelkistävät sokerit*

Enintään 0,3% glukoosina laskettuna kuivapainosta

*Sokerit yhteensä*

Enintään 1% glukoosina laskettuna kuivapainosta

*Kloridit*

Enintään 50 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Sulfaatit*

Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Nikkeli*

Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Arseeni*

Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta

Lyijy

Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta

Raskasmetallit

Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta

## E 420(ii) SORBITOLISIIRAPPI

## Synonyymit

D-glusitolisiirappi

## Määritelmä

## Kemiallinen nimi

Glukoosisiirapin hydrauksesta syntyvä sorbitolisiirappi koostuu D-sorbitolista, D-mannitolista ja hydratuista sakkarideista.

Tuotteen se osa, joka ei ole D-sorbitolia, koostuu pääosin hydratuista oligosakkariideista, jotka syntyvät raaka-aineina käytettävien glukoosisiirapin (jolloin siirappi ei kiteydy) tai mannitolin hydrauksesta. Vähäisiä määriä glysitoleja, jolloin  $n \leq 4$ , voi esiintyä. Glysitolit ovat yhdisteitä, joiden rakennekaava on  $\text{CH}_2\text{OH}-(\text{CHOH})_n-\text{CH}_2\text{OH}$ , jossa "n" on kokonaisluku.

## Einecs

270-337-8

## E-numero

E 420(ii)

## Pitoisuus

Vähintään 69 % kiinteitä aineita ja vähintään 50 % D-sorbitolia vedettömänä.

## Kuvaus

Kirkas, väritön ja makea vesiliuos.

## Tunnistaminen

## A. Liukoisuus

Sekoittuu veden, glyserolin ja propaani-1,2-diolin kanssa.

## B. Sorbitolimonobentsylideenijohdannainen

Lisää 5 g:aan näytettä 7 ml metanolia, 1 ml bentsaldehydiä ja 1 ml suolahappoa. Sekoita ja ravistele koneellisessa ravistelijassa kunnes muodostuu kiteitä. Suodata imun avulla, liuota kiteet 20 ml:aan kiehuvaa vettä, joka sisältää 1 g natriumbikarbonaattia, suodata kuumana. Jäähdytä suodos, suodata imun avulla, pese 5 ml:lla metanolivesi-seosta (1:2) ja kuivata ilmassa. Näin saadut kiteet sulavat  $173\text{ }^\circ\text{C}$ — $179\text{ }^\circ\text{C}$ :ssa.

## Puhtaus

## Vesipitoisuus

Enintään 31 % (Karl Fischerin menetelmä)

## Sulfaattituhka

Enintään 0,1 % laskettuna kuivapainosta

## Pelkistävät sokerit

Enintään 0,3 % glukoosina laskettuna kuivapainosta

## Kloridit

Enintään 50 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## Sulfaatit

Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## Nikkeli

Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## Arseeni

Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## Lyijy

Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## Raskasmetallit

Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta

## E 421 MANNITOLI

<b>Synonyymit</b>	D-mannitoli
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	D-mannitoli
<i>Einecs</i>	200-711-8
<i>E-numero</i>	E 421
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_6H_{14}O_6$
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	182,2
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 96,0% D-mannitolia kuiva-aineesta.
<b>Kuvaus</b>	Makea, valkoinen, hajuton, kiteinen jauhe.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>A. Liukoisuus</i>	Liukoinen veteen, hyvin niukkaliukoinen etanoliin, melkein liukenematon kloroformiin ja eteteriin.
<i>B. Sulamisväli</i>	165 °C—169 °C, pehmenee alemmissa lämpötiloissa.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 0,3% (105 °C, 4 h)
<i>pH</i>	5—8 Lisää 0,5 ml kyllästettyä kaliumkloridiliuosta 10 ml:aan näytteen 10%:sta (w/v) liuosta ja mittaa sen jälkeen pH.
<i>Ominaiskierto</i>	$(\alpha)_D^{20}$ Ominaiskierto booritetussa liuoksessa laskettuna vedettömälle aineelle on + 23 °C—+ 25 °C.
<i>Sulfaattituhka</i>	Enintään 0,1% laskettuna kuivapainosta
<i>Pelkistävät sokerit</i>	Enintään 0,3% glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Sokerit yhteensä</i>	Enintään 1,0% glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Kloridit</i>	Enintään 70 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaatit</i>	Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Nikkeli</i>	Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta

## E 953 ISOMALTI

<b>Synonyymit</b>	Hydrattu isomaltuloosi, hydrattu palatinoosi
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen kaava</i>	Isomalti on keskimääräisesti tasamoolinen seos seuraavista: D-glukopyranosyyli-1,6-D-glusitoli ja D-glukopyranosyyli-1,1-D-mannitolidihydraatti
<i>Einecs</i>	
<i>E-numero</i>	E 953
<i>Kemiallinen kaava</i>	D-glukopyranosyyli-1,6-D-glusitoli: $C_{12}H_{24}O_{11}$ D-glukopyranosyyli-1,1-D-mannitolidihydraatti: $C_{12}H_{24}O_{11} \cdot 2H_2O$
<i>Subteellinen molekyyli­massa</i>	D-glukopyranosyyli-1,6-D-glusitoli: 344,32 D-glukopyranosyyli-1,1-D-mannitolidihydraatti: 380,32
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 95 % D-glukopyranosyyli-1,6-D-glysitolin ja D-glukopyranosyyli-1,1-D-mannitolidihydraatin seosta vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Hajuton, valkoinen, makea, kiteinen, heikosti hygroskooppinen aine.
<b>Tunnistaminen</b>	
A. <i>Liukoisuus</i>	Niukkaliukoinen veteen. Liukenematon etanoliin.
B. <i>Ominaiskierto</i>	$(\alpha)_D^{20}$ : + 90° — +92° (4 %:n w/v-liuos)
C. <i>Sulamislämpö</i>	145 °C—150 °C
<b>Puhtaus</b>	
<i>Vesipitoisuus</i>	Enintään 7 % (Karl Fischerin menetelmä)
<i>Sulfaattitubka</i>	Enintään 0,05 % laskettuna kuivapainosta
<i>Pelkistävät sokerit</i>	Enintään 1,5 % glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Nikkeli</i>	Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta

## E 965(i) MALTITOLI

<b>Synonyymit</b>	D-maltitoli, hydrattu maltoosi
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	$\alpha$ -D-glukopyranosyyli-1,4-D-glusitoli

<i>Einecs</i>	209-567-0
<i>E-numero</i>	E 965(i)
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_{12}H_{24}O_{11}$
<i>Subteellinen molekyylimassa</i>	344,31
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 98 % D-maltitolia $C_{12}H_{24}O_{11}$ vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Makea, valkoinen, kiteinen jauhe.
<b>Tunnistaminen</b>	
A. <i>Liukoisuus</i>	Hyvin liukoinen veteen, niukkaliukoinen etanoliin.
B. <i>Sulamisväli</i>	148 °C—151 °C
C. <i>Ominaiskierto</i>	$(\alpha)_D^{20} = +105,5^\circ - +108,5^\circ$ (5 %:n w/v liuos)
<b>Puhtaus</b>	
<i>Vesipitoisuus</i>	Enintään 1 % (Karl Fischerin menetelmä)
<i>Sulfaattituhka</i>	Enintään 0,1 % laskettuna kuivapainosta
<i>Pelkistävät sokerit</i>	Enintään 0,1 % glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Kloridit</i>	Enintään 50 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaatit</i>	Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Nikkeli</i>	Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<b>E 965(ii) MALTITOLISIIRAPPI</b>	
<b>Synonyymit</b>	Hydrattu korkeamaltoosinen-glukoosinen siirappi, hydrattu glukoosisiirappi
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	Seos, joka koostuu pääosin maltitolista sekä sorbitolista ja hydratuista oligo- ja polysakkarideista. Sitä valmistetaan katalyyttisellä hydrauksella glukoosisiirapista, jonka maltoosipitoisuus on korkea. Kaupallista valmistetta on saatavissa sekä siirappina että kiinteänä.
<i>Einecs</i>	270-337-8



<i>E-numero</i>	E 965(ii)
<i>Pitoisuus</i>	Seuraavat määrät koskevat vedetöntä ainetta:
	Maltitoli vähintään 50 %
	Sorbitoli enintään 8 %
	Maltotri-itoli enintään 25 %
	Hydratut polysakkaridit, jotka sisältävät yli kolme glukoosi- tai glusitoliyksikköä enintään 30 %
<b>Kuvaus</b>	Makea, väritön ja hajuton, kirkas sakea neste tai makea, valkoinen, kiteinen massa.
<b>Tunnistaminen</b>	
A. <i>Liukoisuus</i>	Hyvin liukoinen veteen, niukkaliukoinen etanoliin.
B. <i>Ohutkerroskromatografia</i>	Tutki ohutkerroskromatografialla käyttäen levyä, joka on päällystetty 0,25 mm:n kerroksella kromatografista silikageeliä.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Vesipitoisuus</i>	Enintään 31 % (Karl Fischerin menetelmä)
<i>sulfaattitubka</i>	Enintään 0,1 % laskettuna kuivapainosta
<i>Pelkistävät sokerit</i>	Enintään 0,3 % glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Kloridit</i>	Enintään 50 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaatit</i>	Enintään 100 mg/kg glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Nikkeli</i>	Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Arseni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<b>E 966 LAKTITOLI</b>	
<b>Synonyymit</b>	Laktiitti, laktositolit, laktobiosiitti
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	4-O-β-D-galaktopyranosyyli-D-glusitolit
<i>Einecs</i>	209-566-5
<i>E-numero</i>	E 966
<i>Kemiallinen kaava</i>	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>11</sub>
<i>Suhteellinen molekyyli massa</i>	344,32
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 95 % laskettuna kuivapainosta

<b>Kuvaus</b>	Makea, kiteinen jauhe tai väritön liuos. Kiteisiä tuotteita esiintyy vedettöminä sekä mono- ja dihydraattimuodoissa.
<b>Tunnistaminen</b>	
A. <i>Liukoisuus</i>	Hyvin liukoinen veteen
B. <i>Ominaiskierto</i>	$(\alpha)_D^{20} = + 13^\circ \text{—} + 16^\circ$ laskettuna vedettömälle aineelle (10 % w/v vesiliuos).
<b>Puhtaus</b>	
<i>Vesipitoisuus</i>	Kiteiset tuotteet: enintään 10,5 % (Karl Fischerin menetelmä)
<i>Muut polyolit</i>	Enintään 2,5 % vedettömänä
<i>Pelkistävät sokerit</i>	Enintään 0,2 % glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Kloridit</i>	Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaatit</i>	Enintään 200 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaattitubka</i>	Enintään 0,1 % laskettuna kuivapainosta
<i>Nikkeli</i>	Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<b>E 967 KSYLITOLI</b>	
<b>Synonyymit</b>	Ksylitoli
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	D-ksylitoli
<i>Einecs</i>	201-788-0
<i>E-numero</i>	E 967
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_5H_{12}O_5$
<i>Subteellinen molekyyli massa</i>	152,15
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 98,5 % ksylitolia vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Valkoinen, kiteinen jauhe, lähes hajuton ja hyvin makea.
<b>Tunnistaminen</b>	
A. <i>Liukoisuus</i>	Hyvin liukoinen veteen, jonkin verran liukoinen etanoliin.
B. <i>Sulamisväli</i>	92 °C—96 °C
C. <i>pH</i>	5,0—7,0 (10 % w/v-vesiliuos).

**Puhtaus**

<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 0,5 % (kuivaa 0,5 g näytettä vakuuissa fosforipentoksidin päällä 60 °C:ssa 4 h)
<i>Sulfaattituhka</i>	Enintään 0,1 % laskettuna kuivapainosta
<i>Pelkistävät sokerit</i>	Enintään 0,2 % glukoosina laskettuna kuivapainosta
<i>Muut polyhydriset alkoholit</i>	Enintään 1 % laskettuna kuivapainosta
<i>Nikkeli</i>	Enintään 2 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Kloridit</i>	Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaatit</i>	Enintään 200 mg/kg laskettuna kuivapainosta

**E 950 ASESULFAAMI K****Synonyymit**

Asesulfaami kalium, asesulfaami, 3,4-dihydro-6-metyyli-1,2,3-oksatiatsiini-4-oni-2,2-dioksidin kaliumsuola

**Määritelmä**

<i>Kemiallinen nimi</i>	6-metyyli-1,2,3-oksatiatsiini-4(3H)-oni-2,2-dioksidikaliumsuola
<i>Einecs</i>	259-715-3
<i>E-numero</i>	E 950
<i>Kemiallinen kaava</i>	C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> NO <sub>4</sub> SK
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	201,24
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 99 % C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> NO <sub>4</sub> SK vedettömänä

**Kuvaus**

Hajuton, valkoinen, kiteinen jauhe, jossa on voimakkaasti makea maku. Arviolta 200 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.

**Tunnistaminen**

- A. *Liukoisuus* Hyvin liukoinen veteen ja hyvin niukkaliukoinen etanoliin
- B. *Ultraviolettiabsorptio* Maksimi 227 ± 2 nm:ssä liuoksessa, jossa on 10 mg 1 000 ml:ssa vettä.

**Puhtaus**

<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 1 % (105 °C, 2 h)
---------------------	----------------------------

<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Seleeni</i>	Enintään 30 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Fluoridi</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<b>E 951 ASPARTAAMI</b>	
<b>Synonyymit</b>	Aspartyylifenyylialaniinimetyyliesteri
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	N-L- $\alpha$ -aspartyyli-L-fenyylialaniini-1-metyyliesteri, 3-amino-N-( $\alpha$ -karbometoksi-fenetyyli)-sukkinamiinihappo-N-metyyliesteri.
<i>Einecs</i>	245-261-3
<i>E-numero</i>	E 951
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_{14}H_{18}N_2O_5$
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	294,31
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 98 % ja enintään 102 % $C_{14}H_{18}N_2O_5$ vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Hajuton, valkoinen, kiteinen jauhe, jossa on makea maku. Arviolta 200 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Niukkaliukoinen veteen ja entanoliin.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 4,5 % (105 °C, 4 h)
<i>Sulfaattituhka</i>	Enintään 0,2 % laskettuna kuivapainosta
<i>pH</i>	4,5—6,0 (1:125 liuos)
<i>Transmittanssi</i>	Transmittanssi määriteltynä sopivalla spektrofotometrillä näytteen 1 %:sta liuksesta 2 N suolahapossa käyttäen 1 cm:n kyvettä 430 nm:ssa ja 2 N suolahappoa vertailuna, on vähintään 0,95, joka vastaa enintään absorbanssiarvoa noin 0,022.
<i>Ominaiskierto</i>	$(\alpha)_{D}^{20}$ + 14,5°—+16,5° Määritä liuksesta, jossa on 4 osaa 100:ssa osassa 15 N muurahaishappoa 30 minuutin kuluessa näyteliuksen valmistuksen jälkeen.
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta

<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>5-bentsyyli-3,6-diokso-2-piperatsiinietikahappo</i>	Enintään 1,5 % laskettuna kuivapainosta

## E 952 SYKLAAMIHAPPO JA SEN Na- JA Ca-SUOLAT

## (I) SYKLAAMIHAPPO

<b>Synonyymit</b>	Sykloheksyyli-sulfaamihappo, sykramaatti
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	Sykloheksaanisulfaamihappo, sykloheksyyliaminosulfonihappo
<i>Einecs</i>	202-898-1
<i>E-numero</i>	E 952
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_6H_{13}NO_3S$
<i>Subteellinen molekyylimassa</i>	179,24
<i>Pitoisuus</i>	Sykloheksyyli-sulfaamihappo sisältää vähintään 98 % ja enintään 102 % $C_6H_{13}NO_3S$ vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Lähes väritön, valkoinen, kiteinen jauhe, jossa on makean hapan maku. Arviolta 40 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>A. Liukoisuus</i>	Liukoinen veteen ja etanoliin.
<i>B. Saostuskoe</i>	Tee 2 % liuos happameksi suolahapolla, lisää 1 ml noin 1-moolista bariumkloridin vesiliuosta ja suodata, jos samennusta tai saostumaa muodostuu. Lisää kirkkaaseen liuokseen 1 ml 10 % natriumnitriittiliuosta. Muodostuu valkoinen saostuma.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 1 % (105 °C, 1 h)
<i>Seleeni</i>	Enintään 30 mg/kg seleeninä laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Arseni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Sykloheksyyliamiini</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Disykloheksyyliamiini</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Aniliini</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## (II) NATRIUMSYKLAMAATTI

<b>Synonyymit</b>	Syklamaatti, syklaamihapon natriumsuola
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	Natrium sykloheksaanisulfamaatti, natrium sykloheksyyliisulfamaatti
<i>Einecs</i>	205-348-9
<i>E-numero</i>	E 952
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_6H_{12}NNaO_3S$ ja dihydraattimuoto $C_6H_{12}NNaO_3S \cdot 2H_2O$
<i>Subteellinen molekyyli massa</i>	201,22 vedetön muoto 237,22 hydraattimuoto
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 98 % ja enintään 102 % kuivattuna, Dihydraattimuoto: vähintään 84 % kuivattuna
<b>Kuvaus</b>	Valkoiset, hajuttomat kiteet tai kiteinen jauhe. Arviolta 30 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Liukoinen veteen, melkein liukenematon etanoliin.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 1 % (105 °C, 1 h) Enintään 15,2 % (105 °C, 2 h) dihydraattimuodon osalta
<i>Seleen</i>	Enintään 30 mg/kg seleeniä laskettuna kuivapainosta
<i>Arseen</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Sykloheksyyliamiini</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Disykloheksyyliamiini</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Aniliini</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## (III) KALSIUMSYKLAMAATTI

<b>Synonyymit</b>	Syklamaatti, syklaamihapon kalsiumsuola
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	Kalsium sykloheksaanisulfamaatti, kalsium sykloheksyyliisulfamaatti
<i>Einecs</i>	205-349-4
<i>E-numero</i>	E 952
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_{12}H_{24}CaN_2O_6S_2 \cdot 2H_2O$

<i>Subteellinen molekyylimassa</i>	432,57
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 98 % ja enintään 101 % kuivattuna
<b>Kuvaus</b>	Valkoiset, värittömät kiteet tai kiteinen jauhe. Arviolta 30 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Liukoinen veteen, jonkin verran liukoinen etanoliin.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 1 % (105 °C, 1 h) Enintään 8,5 % (140 °C, 4 h) dihydraattimuodon osalta
<i>Seleen</i>	Enintään 30 mg/kg seleeninä laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Sykloheksyyliamiini</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Disykloheksyyliamiini</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Aniliini</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta

## E 954 SAKARIINI JA SEN Na-, K- JA Ca-SUOLAT

## (I) SAKARIINI

**Määritelmä**

<i>Kemiallinen nimi</i>	3-okso-2,3-dihydrobentso(d)isotiatsoli-1,1-dioksidi
<i>Einecs</i>	201-321-0
<i>E-numero</i>	E 954
<i>Kemiallinen kaava</i>	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>3</sub> S
<i>Subteellinen molekyylimassa</i>	183,18
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 99 % ja enintään 101,0 % C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>3</sub> S vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Valkoiset kiteet tai valkoinen kiteinen jauhe, hajuton tai heikko aromaattinen tuoksu, makea maku myös hyvin laimeissa liuoksissa. Arviolta 300—500 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Niukkaliukoinen veteen, liukoinen emäksisiin liuoksiin ja jonkin verran liukoinen etanoliin.

<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 1 % (105 °C, 2 h)
<i>Sulamisväli</i>	226 °C—230 °C
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Seleeni</i>	Enintään 30 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Sulfaattitubka</i>	Enintään 0,2 % laskettuna kuivapainosta
<i>Bentsoe- ja salisyylihappo</i>	Lisää 10 ml:aan aiemmin 5 pisaralla etikkahappoa happameksi tehtyyn 1:20 liuokseen 3 pisaraa noin 1-moolista rauta(III)kloridin vesiliuosta. Saostumaa tai violettiä väriä ei esiinny.
<i>o-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>p-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Bentsoehappo-p-sulfonamidi</i>	Enintään 25 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Helposti hiiltävät aineet</i>	Ei esiinny
(II) <b>NATRIUMSAKARIINI</b>	
<b>Synonyymit</b>	Sakariini, sakariinin natriumsuola
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen nimi</i>	Natrium o-bentsosulfimidi, 2,3-dihydro-3-oksobentsisosulfonatsolin natriumsuola, 1,2-bentsisotiatsoliini-3-oni-1,1-dioksidin natriumsuolan dihydraatti
<i>Einecs</i>	204-886-1
<i>E-numero</i>	E 954
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	241,19
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 99 % ja enintään 101 % $C_7H_4NNaO_3S$ vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Valkoiset kiteet tai valkoinen kiteinen kiteytyvä jauhe, hajuton tai mieto tuoksu, jossa on voimakkaasti makea maku myös hyvin laimeissa liuoksissa. Arviolta 300—500 kertaa niin makea kuin sakkaroosi laimeissa liuoksissa.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Vapaasti liukoinen veteen ja jonkin verran liukoinen etanoliin.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 15 % (120 °C, 4 h)



<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Seleeni</i>	Enintään 30 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Bentsoe- ja salisyylihappo</i>	Lisää 10 ml:aan aiemmin 5 pisaralla etikkahappoa happameksi tehtyyn 1:20 liuokseen 3 pisaraa noin 1-moolista rauta(III)kloridin vesiliuosta. Saostumaa tai violettiä väriä ei esiinny.
<i>o-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>p-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Bentsoehappo-p-sulfonamidi</i>	Enintään 25 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Helposti hiihtyvät aineet</i>	Ei esiinny
<b>(III) KALSIUMSAKARIINI</b>	
<b>Synonyymit</b>	Sakariini, sakariinin kalsiumsuola
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen kaava</i>	Kalsium-o-bentsosulfimidi, 2,3-dihydro-3-oksobentsisosulfonatsolin kalsiumsuola, 1,2-bentsisotiatsoliini-3-oni-1,1-dioksidin kalsiumsuolan hydraatti (2:7)
<i>Einecs</i>	229-349-9
<i>E-numero</i>	E 954
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_{14}H_8CaN_2O_6S_2 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	467,48
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 95 % $C_{14}H_8CaN_2O_6S_2$ vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Valkoiset kiteet tai valkoinen, kiteinen, hajuton tai kevyesti tuoksuva jauhe, jossa on voimakkaasti makea maku myös hyvin laimeissa liuoksissa. Arviolta 300—500 kertaa niin makea kuin sakkaroosi laimeissa liuoksissa.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Vapaasti liukoinen veteen, liukoinen etanoliin.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 13,5 % (120 °C, 4 h)
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Seleeni</i>	Enintään 30 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta

<i>Bentsoe- ja salisyylihappo</i>	Lisää 10 ml:aan aiemmin 5 pisaralla etikkahappoa happameksi tehtyyn 1:20 liuokseen 3 pisaraa noin 1-moolista rauta(III)kloridin vesiliuosta. Saostumaa tai violettiä väriä ei esiinny.
<i>o-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>p-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Bentsoehappo-p-sulfonamidi</i>	Enintään 25 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Helposti hyltyvät aineet</i>	Ei esiinny
(IV) KALIUMSAKARIINI	
<b>Synonyymit</b>	Sakariini, sakariinin kaliumsuola
<b>Määritelmä</b>	
<i>Kemiallinen kaava</i>	Kalium-o-bentsosulfimidi, 2,3-dihydro-3-oksobentsisosulfonatsolin kaliumsuola, 1,2-bentsisotiatsoliini-3-oni-1,1-dioksidin monohydraatin kaliumsuola
<i>Einecs</i>	
<i>E-numero</i>	E 954
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_7H_4KNO_3S \cdot H_2O$
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	239,77
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 99 % ja enintään 101 % $C_7H_4KNO_3S$ vedettömänä.
<b>Kuvaus</b>	Valkoiset kiteet tai valkoinen, kiteinen, hajuton tai kevyesti tuoksuva jauhe, jossa on voimakkaasti makea maku myös hyvin laimeissa liuoksissa. Arviolta 300—500 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>Liukoisuus</i>	Vapaasti liukoinen veteen, jonkin verran liukoinen etanoliin.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 8 % (120 °C, 4 h)
<i>Arseni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Seleeni</i>	Enintään 30 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 1 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Bentsoe- ja salisyylihappo</i>	Lisää 10 ml:aan aiemmin 5 pisaralla etikkahappoa happameksi tehtyyn 1:20 liuokseen 3 pisaraa noin 1-moolista rauta(III)kloridin vesiliuosta. Saostumaa tai violettiä väriä ei esiinny.
<i>o-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>p-Tolueenisulfonamidi</i>	Enintään 10 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Bentsoehappo-p-sulfonamidi*

Enintään 25 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Helposti hyltyvät aineet*

Ei esiinny

**E 957 TAUMATIINI****Synonyymit****Määritelmä***Kemiallinen nimi*

Taumatiniin saadaan vedellä (pH 2,5—4,0) uuttamalla lajin *Thaumatococcus daniellii* (Benth) luonnollisten kantojen hedelmien siemenvaipeista, ja se koostuu pääosin Taumatiniini I ja Taumatiniini II valkuaisaineista yhdessä raaka-aineesta peräisin olevien kasviaineesien vähäisten määrien kanssa.

*Einecs*

258-822-2

*E-numero*

E 957

*Kemiallinen kaava*

207 aminohapon polypeptidi

*Subteellinen molekyyli­massa*

Taumatiniini I 22209  
Taumatiniini II 22293

*Pitoisuus*

Vähintään 16 % tyyppiä kuiva-aineesta, joka vastaa vähintään 94 % valkuaisaineita (N × 5,8).

**Kuvaus**

Hajuton, kermanvärinen ja hyvin makea jauhe. Arviolta 2 000—3 000 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.

**Tunnistaminen***Liukoisuus*

Hyvin liukoinen veteen, liukenematon asetoniin.

**Puhtaus***Kuivaushäviö*

Enintään 9 % (105 °C vakiopainoon)

*Hiilihydraatit*

Enintään 3,0 % laskettuna kuivapainosta

*Sulfaattitubka*

Enintään 2,0 % laskettuna kuivapainosta

*Alumiini*

Enintään 100 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Arseeni*

Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Lyijy*

Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta

*Mikrobiologiset vaatimukset*

Aerobisten mikro-organismien kokonaismäärä: Enimmäismäärä 1 000/g *Escherichia coli*.: Ei saa esiintyä 1 g:ssa.

**E 959 NEOHESPERIDIINI DIHYDROKALKONI****Synonyymit**

Neohesperidiinidihydrokalkoni, NHDC, hesperetiindihydrokalkoni-4'-β-neohesperidosidi, neohesperidiini DC

**Määritelmä***Kemiallinen kaava*

2-O-α-L-ramnopyranosyyli-4'-β-D-glukopyranosyylihesperetiini DC; saadaan neohesperidiinin katalyyttisestä hydrolyysistä.

<i>Einecs</i>	243-978-6
<i>E-numero</i>	E 959
<i>Kemiallinen kaava</i>	$C_{28}HG_{36}O_{15}$
<i>Suhteellinen molekyylimassa</i>	612,6
<i>Pitoisuus</i>	Vähintään 96 % kuiva-aineesta.
<b>Kuvaus</b>	Harmahtava, hajuton, kiteinen jauhe, jolle on ominaista voimakkaasti makea maku. Arviolta 1 000—1 800 kertaa niin makea kuin sakkaroosi.
<b>Tunnistaminen</b>	
<i>A. Liukoisuus</i>	Vapaasti liukoinen kuumaan veteen, hyvin niukkaliukoinen kylmään veteen, melkein liukenematon eetteriin ja bentseeniin.
<i>B. Ultraviolettiabsorptiomaksimi</i>	282—283 nm:ssä liuoksessa, jossa on 2 mg 100 ml:ssa metanolia.
<i>C. Neun koe</i>	Liuota n. 10 mg neohesperidiini DC:tä 1 ml:aan metanolia, lisää 1 ml 1% 2-aminoetyylidifenyyliboraatin metanoliliuosta. Syntyy kirkaankeltainen väri.
<b>Puhtaus</b>	
<i>Kuivaushäviö</i>	Enintään 11 % (105 °C, 3 h)
<i>Sulfaattituhka</i>	Enintään 0,2 % laskettuna kuivapainosta
<i>Arseeni</i>	Enintään 3 mg/kg laskettuna kuivapainosta
<i>Lyijy</i>	Enintään 2 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta
<i>Raskasmetallit</i>	Enintään 10 mg/kg lyijynä laskettuna kuivapainosta

**KUODES KOMISSIION DIREKTIIVI 95/32/EY,  
annettu 7 päivänä heinäkuuta 1995,  
kosmeettisten valmisteiden koostumuksen tarkistamisessa tarvittavista  
analyysimenetelmistä**

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon kosmeettisia valmisteita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 27 päivänä heinäkuuta 1976 annetun neuvoston direktiivin 76/768/ETY<sup>(1)</sup>, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission direktiivillä 94/32/EY<sup>(2)</sup>, ja erityisesti sen 8 artiklan 1 kohdan,

sekä katsoo, että

direktiivissä 76/768/ETY säädetään kosmeettisten valmisteiden virallisesta testaamisesta sen varmistamiseksi, että kosmeettisten valmisteiden koostumusta koskevissa yhteisön säännöksissä vahvistetut edellytykset täyttyvät,

kaikki tarvittavat analyysimenetelmät olisi vahvistettava mahdollisimman pian; tietyt menetelmiä on jo vahvistettu komission direktiivillä 80/1335/ETY<sup>(3)</sup>, sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 87/143/ETY<sup>(4)</sup>, komission direktiivillä 82/434/ETY<sup>(5)</sup>, sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 90/207/ETY<sup>(6)</sup>, sekä komission direktiivillä 83/514/ETY<sup>(7)</sup>, komission direktiivillä 85/490/ETY<sup>(8)</sup> ja komission direktiivillä 93/73/ETY<sup>(9)</sup>,

kosmeettisten valmisteiden sisältämän bentsoehapon, 4-hydroksibentsoehapon, sorbiinihapon, salisyylihapon ja propionihapon tunnistus ja määrittäminen sekä kosmeettisten valmisteiden sisältämän hydrokinonin, hydrokinonin monometyylieetterin, hydrokinonin monoetyylieetterin ja hydrokinonin monobentsyylieetterin tunnistus ja määrittäminen muodostavat kuudennen vaiheen, ja

tässä direktiivissä säädetyt toimenpiteet ovat direktiivin 76/768/ETY mukauttamista tekniikan kehitykseen käsittelevän komitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

*1 artikla*

Jäsenvaltioiden on toteutettava tarvittavat toimenpiteet sen varmistamiseksi, että kosmeettisten valmisteiden virallisen testaamisen aikana

— bentsoehapon, 4-hydroksibentsoehapon, sorbiinihapon, salisyylihapon ja propionihapon tunnistus ja määrittäminen,

— hydrokinonin, hydrokinonin monometyylieetterin, hydrokinonin monoetyylieetterin ja hydrokinonin monobentsyylieetterin tunnistus ja määrittäminen

suoritetaan liitteessä esitettyjen menetelmien mukaisesti.

*2 artikla*

1. Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät lait, asetukset ja hallinnolliset määräykset voimaan viimeistään 30 päivänä syyskuuta 1996. Niiden on ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

Näissä jäsenvaltioiden antamissa säädöksissä on viitattava tähän direktiiviin tai niitä virallisesti julkaistaessa niihin on liitettävä viittaus tähän direktiiviin. Jäsenvaltioiden on säädettävä siitä, miten viittaukset tehdään.

2. Jäsenvaltioiden on toimitettava tässä direktiivissä tarkoitetuista kysymyksistä antamansa kansalliset säännökset komissiolle.

*3 artikla*

Tämä direktiivi tulee voimaan kahdentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

*4 artikla*

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 7 päivänä heinäkuuta 1995.

*Komission puolesta*

Emma BONINO

*Komission jäsen*

<sup>(1)</sup> EYVL N:o L 262, 27.9.1976, s. 169

<sup>(2)</sup> EYVL N:o L 181, 15.7.1994, s. 31

<sup>(3)</sup> EYVL N:o L 383, 31.12.1980, s. 27

<sup>(4)</sup> EYVL N:o L 57, 27.2.1987, s. 56

<sup>(5)</sup> EYVL N:o L 185, 30.6.1982, s. 1

<sup>(6)</sup> EYVL N:o L 108, 28.4.1990, s. 92

<sup>(7)</sup> EYVL N:o L 291, 24.10.1983, s. 9

<sup>(8)</sup> EYVL N:o L 295, 7.11.1985, s. 30

<sup>(9)</sup> EYVL N:o L 231, 14.9.1993, s. 34

## LIITE

**I BENTSOEHAPON, 4-HYDROKSIBENTSOEHAPON, SORBIINIHAPON, SALISYYLIHAPON JA PROPIONIHAPON TOTEAMINEN JA MÄÄRITYS KOSMEETTISISTA TUOTTEISTA****1. Laajuus ja soveltamisala**

Tämä menetelmä soveltuu bentsoehapon, 4-hydroksibentsoehapon, sorbiinihapon, salisyylihapon ja propionihapon toteamiseen ja määrittämiseen kosmeettisista tuotteista. Näiden säilöntäaineiden toteaminen, propionihapon määrittäminen sekä 4-hydroksibentsoehapon, salisyylihapon, sorbiinihapon ja bentsoehapon määrittäminen kuvataan erillisissä menettelyissä.

**2. Määritelmä**

Tällä menetelmällä määritetyt bentsoehapon, 4-hydroksibentsoehapon, salisyylihapon, sorbiinihapon ja propionihapon määrät ilmaistaan vapaiden happojen massaprosentteina.

**A. TOTEAMINEN****1. Periaate**

Säilöntäaineiden happo/emäsuuton jälkeen uute määritetään ohutkerroskromatografialla (TLC) käyttäen levyllä tapahtuvaa johdannaisten muodostamista. Toteaminen vahvistetaan tulosten mukaan HPLC-kromatografialla tai, kun on kyse propionihaposta, kaasukromatografialla.

**2. Reagenssit****2.1 Yleistä**

Kaikkien reagenssien tulee olla analyysilaatua. Käytettävän veden tulee olla tislattua tai puhtaudeltaan vähintään sitä vastaavaa vettä.

**2.2 Asetoni****2.3 Dietyylieetteri****2.4 Asetonitriili****2.5 Tolueneeni****2.6 n-Heksaani****2.7 Parafiiniöljy****2.8 Vetykloridihappo, 4 M****2.9 Kaliumhydroksidin vesiliuos, 4 M****2.10 Kalsiumkloridi,  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$** **2.11 Litiumkarbonaatti,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$** **2.12 2-Bromo-2'-asetonaftoni****2.13 4-Hydroksibentsoehappo****2.14 Salisyylihappo****2.15 Bentsoehappo****2.16 Sorbiinihappo****2.17 Propionihappo**

- 2.18 Vertailuliukset:  
Valmistetaan kunkin säilöntäaineen (2.13—2.17) 0,1-prosenttinen (m/V) dietyylieetteriliuos (100 mg/100 ml).
- 2.19 Johdannaisen muodostusreagenssi:  
2-Bromo-2'-asetonaftonin (2.12) 0,5-prosenttinen (m/V) liuos asetonitriilissä (2.4) (50 mg/10 ml). Tämä liuos on valmistettava viikoittain ja säilytettävä jääkaapissa.
- 2.20 Katalyyttiliuos:  
Litiumkarbonaatin (2.11) 0,3-prosenttinen (m/V) vesiliuos (300 mg/100 ml). Tämä liuos on valmistettava juuri ennen käyttöä.
- 2.21 Kehiteliuotin:  
Tolueenin (2.5) ja asetonin (2.2) seos 20:0,5 (V/V).
- 2.22 Parafiiniöljyn (2.7) ja n-heksaanin (2.6) seos 1:2 (V/V).

### 3. Laitteisto

Tavanomainen laboratoriovälineistö.

- 3.1 Vesihaude, jossa voidaan pitää yllä 60 °C:n lämpötilaa
- 3.2 Kehityssäiliö
- 3.3 Ultraviolettilähde, 254 nm ja 366 nm.
- 3.4 Ohutkerroslevyjä, Kieselgel 60, ilman fluoresenssi-indikaattoria, 20 × 20 cm, kerrospaksuus 0,25 mm, väkevöitymisalueen koko 2,5 × 20 cm. (Merck 11845 tai vastaava)
- 3.5 Mikroruisku, 10 µl
- 3.6 Mikroruisku, 25 µl
- 3.7 Uuni, jossa voidaan pitää yllä lämpötiloja 105 °C:een asti.
- 3.8 Lasisia 50 ml:n koeputkia, joissa on kierrekorkki
- 3.9 Suodatinpaperia, halkaisija 90 mm, Schleicher & Schull, Weissband No 5892 tai vastaava
- 3.10 Yleiskäyttöistä pH-indikaattoripaperia, pH 1—11
- 3.11 Lasisia 5 ml:n näyteampulleja
- 3.12 Pyöröhaihdutin (Rotavapor tai vastaava)
- 3.13 Lämpölevy

### 4. Menettely

#### 4.1 Näytteen valmistelu

Punnitaan noin 1 gramma näytettä kierrekorkilla varustettuun 50 ml:n lasikoeputkeen (3.8). Lisätään 4 tippaa 4 M:n vetykloridihappoa (2.8) ja 40 ml asetonin (2.2). Jos tuote on voimakkaasti emäksinen (esimerkiksi saippua), on syytä lisätä 20 tippaa 4 M:n vetykloridihappoa (2.8). Tarkistetaan yleisindikaattoripaperilla (3.10), että pH on noin 2. Putki suljetaan ja sitä ravistetaan voimakkaasti minuutin ajan.

Tarvittaessa voidaan tehostaa säilöntäaineiden uuttumista asetonifaasiin lämmittämällä seos varovasti noin 60 °C:n lämpötilaan, jotta rasvafaasi sulaa.

Liuos jäädytetään huoneenlämpötilaan ja suodatetaan suodatinpaperin (3.9) läpi erlenmeyerpulloon.

Siirretään 20 ml suodosta 200 ml:n erlenmeyerpulloon, lisätään 20 ml vettä ja sekoitetaan. Seoksen pH säädetään noin 10:een lisäämällä 4 M:n kaliumhydroksidiliuosta (2.9); pH mitataan indikaattoripaperilla (3.10).

Lisätään 1 g kalsiumkloridia (2.10) ja ravistetaan voimakkaasti. Suodatetaan suodatinpaperin (3.9) läpi 250 ml:n erotussuppiloon, jossa on 75 ml dietyylieetteriä (2.3), ja ravistetaan voimakkaasti minuutin ajan. Annetaan seoksen asettua kerroksiksi ja lasketaan vesikerros 250 ml:n erlenmeyerpulloon. Eetterikerros heitetään pois. Vesiliuoksen pH säädetään 4 M:n vetykloridihapolla (2.8) noin 2:een käyttäen apuna indikaattoripaperia (3.10). Lisätään 10 ml dietyylieetteriä (2.3), suljetaan pullo tulpalla ja ravistetaan voimakkaasti minuutin ajan. Kerrosten annetaan erottua ja eetterikerros siirretään pyöröhaihduttimeen (3.12). Vesikerros heitetään pois.

Eetterikerros haihdutetaan lähes kuivaksi ja jäännös liuotetaan uudelleen 1 ml:aan dietyylieetteriä (2.3). Liuos siirretään näyteampulliin (3.11).

#### 4.2 Ohutkerroskromatografia

Kutakin kromatografisesti määritettävää vertailuainetta ja näytettä kohden pannaan noin 3  $\mu$ l:n täplät litiumkarbonaattiliuosta (2.20) tasaisin välein ruiskulla (3.5) TLC-levyn (3.4) väkevytymisalueen alkuvaiheelle; levy kuivataan kylmässä ilmassa.

TLC-levy siirretään 40 °C:n lämpöiselle lämpölevylle (3.13), jotta täplät pysyisivät mahdollisimman pieninä. Mikroruiskulla (3.5) pannaan 10  $\mu$ l:n täplä kutakin vertailuliuosta (2.18) ja näyteliuosta (4.1) levyn aloitusviivalle täsmälleen niihin kohtiin, joihin aiemmin pantiin litiumkarbonaattitäplät.

Lopuksi lisätään 15  $\mu$ l johdannaisen muodostusreagenssia (2.19) (2-bromo-2'-asetonaftoniliuos) täsmälleen kuhunkin täplään, johon on aiemmin pantu vertailu- tai näyteliuosta ja litiumkarbonaattiliuosta.

TLC-levyä kuumennetaan uunissa (3.7) 80 °C:n lämpötilassa 45 minuutin ajan.

Kun levy on jäähtynyt, se kehitetään säiliössä (3.2), joka on saanut tasapainottua 15 minuutin ajan (ilman suodatinpaperivuorausta), käyttäen kehiteliuotinta 2.21 (tolueeni/asetoni), kunnes liuotinrintama on edennyt 15 cm (tämä voi kestää n. 80 minuuttia).

Levy kuivataan kylmässä ilmassa ja muodostuneet täplät tutkitaan ultraviolettivalossa (3.3). Heikkojen täplien fluoresenssia voidaan vahvistaa kastamalla TLC-levy parafiiniöljyn n-hekseeniliuokseen (2.22).

#### 5. Toteaminen

Lasketaan kunkin täplän R<sub>f</sub>-arvo.

Verrataan näytteen ja vertailuliuosten tuottamia R<sub>f</sub>-arvoja ja täplien ulkonäköä ultraviolettivalossa.

Päätellään alustavasti, mitä säilöntäaineita näytteessä on. Tehdään B jaksossa esitetty HPLC-määritys tai, jos on todettu propionihappoa, C jaksossa esitetty kaasukromatografinen määritys. Verrataan saatuja retentioaikoja vertailuliuoksilla saatuihin retentioaikoihin.

Yhdistetään TLC-määrityksen ja HPLC- tai kaasukromatografisen määrityksen tulokset; lopullinen arvio säilöntäaineiden esiintymisestä annetaan yhdistettyjen tulosten perusteella.

#### B. BENTSOEHAPON, 4-HYDROKSIBENTSOEHAPON, SORBIINIHAPON JA SALISYYLIHAPON MÄÄRITYS

##### 1. Periaate

Happamaksi tekemisen jälkeen näyte uutetaan etanolin ja veden seoksella. Suodattamisen jälkeen säilöntäaineet määritetään suurtehonestekromatografialla (HPLC).

##### 2. Reagenssit

2.1 Kaikkien reagenssien tulee olla analyysilaatua ja tarvittaessa HPLC-määritykseen soveltuvia. Käytettävän veden tulee olla tislattua tai puhtaudeltaan vähintään sitä vastaavaa vettä.

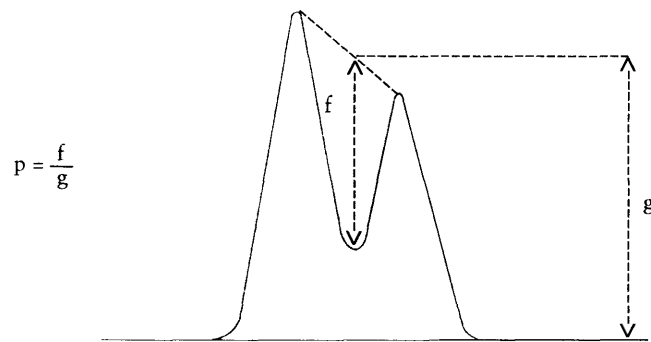
2.2 Absoluuttinen etanoli

2.3 4-Hydroksibentsoehappo



- 2.4 Salisyylihappo
- 2.5 Bentsoehappo
- 2.6 Sorbiinihappo
- 2.7 Natriumasetaatti ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )
- 2.8 Etikkahappo,  $d^{20/4} = 1,05$  g/ml
- 2.9 Asetonitriili
- 2.10 Rikkihappo, 2 M
- 2.11 Kaliumhydroksidin vesiliuos, 0,2 M
- 2.12 2-Metoksibentsoehappo
- 2.13 Etanolin ja veden seos:  
Sekoitetaan 9 tilavuusosaa etanolia (2.2) ja 1 tilavuusosa vettä (2.1).
- 2.14 Sisäinen standardiliuos:  
Valmistetaan liuos, jossa on noin 1 gramma 2-metoksibentsoehappoa (2.12) 500 ml:ssa etanolin ja veden seosta (2.13).
- 2.15 HPLC:n liikkuva faasi
- 2.15.1 Asetaattipuskuri: lisätään 1 litraan vettä 6,35 g natriumasetaattia (2.7) ja 20,0 ml etikkahappoa (2.8) ja sekoitetaan.
- 2.15.2 Valmistetaan liikkuva faasi sekoittamalla 9 tilavuusosaa asetiaattipuskuria (2.15.1) ja 1 tilavuusosa asetoniitriiliä (2.9).
- 2.16 Säilöntäaineiden varastoliuos:  
Punnitaan tarkasti noin 0,05 g 4-hydroksibentsoehappoa (2.3), 0,2 g salisyylihappoa (2.4), 0,2 g bentsoehappoa (2.5) ja 0,05 g sorbiinihappoa (2.6) 50 ml:n mittapulloon, joka täytetään mittatilavuuteen etanolin ja veden seoksella (2.13). Liuosta säilytetään jääkaapissa. Liuos säilyy noin viikon.
- 2.17 Standardisäilöntäaineliuokset  
Siirretään 8,00, 4,00, 2,00, 1,00 ja 0,50 ml 2.16 kohdassa mainittua varastoliuosta viiteen 20 ml:n mittapulloon. Kuhunkin pulloon lisätään 10,00 ml sisäistä standardiliuosta (2.14) ja 0,5 ml 2 M:n rikkihappoa (2.10). Täytetään mittatilavuuteen etanolin ja veden seoksella (2.13). Nämä liuokset on valmistettava juuri ennen käyttöä.
3. Laitteisto
- Tavanomainen laboratoriovälineistö, jota ei eritellä tarkemmin, sekä lisäksi seuraavat:
- 3.1 Vesihaude, jonka lämpötilaksi on asetettu 60 °C.
- 3.2 Suurtehonestekromatografi (HPLC), jonka ultraviolettidetektorissa on säädettävä aallonpituus ja jossa on 10  $\mu$ l:n injektiosilmukka.
- 3.3 Määrityskolonne:  
Ruostumattomasta teräksestä tehty kromatografiakolonne, jonka pituus on 12,5—25 cm, sisähalkaisija 4,6 mm ja joka on täytetty Nucleosil 5C18:lla tai vastaavalla täytteellä.
- 3.4 Suodatinpaperi, halkaisija 90 mm, Schleicher and Schull, Weissband No. 5892 tai vastaava.
- 3.5 Lasisia 50 ml:n koeputkia, joissa on kierrekorkki.

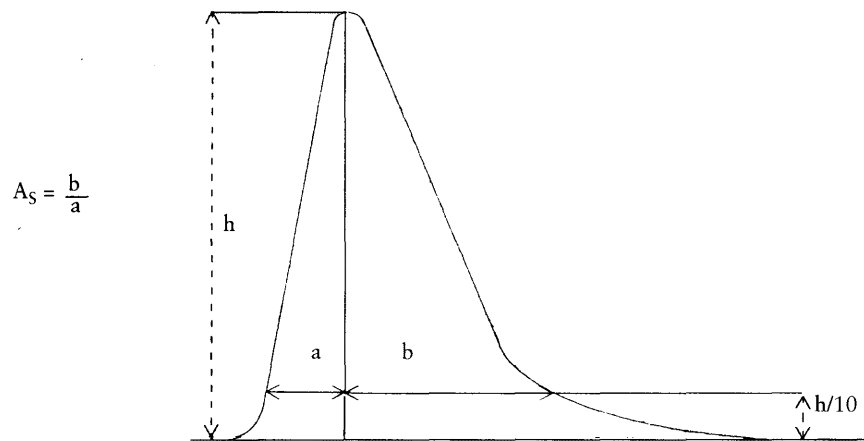
- 3.6 Lasisia 5 ml:n näyteampulleja.
- 3.7 Karborundumkiehumakiviä, koko 2—4 mm, tai vastaavia.
4. **Menettely**
- 4.1 Näytteen valmistus
- 4.1.1 Näytteen valmistus ilman sisäisen standardin lisäystä
- Punnitaan 1 g näytettä kierrekorkilla varustettuun lasiseen 50 ml:n koeputkeen (3.5).
- Pipetoidaan 1,00 ml M:n rikkihappoa (2.10) ja 40,0 ml etanolin ja veden seosta (2.13) putkeen. Lisätään noin 1 g kiehumakiviä (3.7), suljetaan putki ja ravistetaan voimakkaasti vähintään minuutin ajan, kunnes syntyy homogeeninen suspensio. Säilöntäaineiden uuttumista etanolifaasiin voidaan tehostaa asettamalla koeputki 60 °C:n lämpöiseen vesihauteeseen (3.1) täsmälleen viideksi minuutiksi.
- Putki jäähdytetään välittömästi kylmässä juoksevassa vedessä ja uutetta pidetään tunnin ajan 5 °C:n lämpötilassa.
- Uute suodatetaan suodatinpaperin (3.4) läpi. Siirretään noin 2 ml uutetta näyteampulliin (3.6). Uute säilytetään 5 °C:n lämpötilassa ja HPLC-määritys tehdään 24 tunnin kuluessa valmistuksesta.
- 4.1.2 Näytteen valmistus, kun lisätään sisäistä standardia
- Punnitaan kolmen desimaalin tarkkuudella  $1 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  (a grammaa) näytettä kierrekorkilla varustettuun lasiseen 50 ml:n koeputkeen (3.5). Lisätään pipetillä 1,00 ml 2 M:n rikkihappoa (2.10) ja 30,0 ml etanolin ja veden seosta (2.13). Lisätään noin 1 g kiehumakiviä (3.7) ja 10,00 ml sisäistä standardiliuosta (2.14). Putki suljetaan ja sitä ravistetaan voimakkaasti vähintään minuutin ajan, kunnes syntyy homogeeninen suspensio. Säilöntäaineiden uuttumista etanolifaasiin voidaan tehostaa asettamalla koeputki 60 °C:n lämpöiseen vesihauteeseen (3.1) täsmälleen viideksi minuutiksi.
- Putki jäähdytetään välittömästi kylmässä juoksevassa vedessä ja uutetta pidetään tunnin ajan 5 °C:n lämpötilassa.
- Uute suodatetaan suodatinpaperin (3.4) läpi. Siirretään noin 2 ml suodosta näyteampulliin (3.6). Suodos säilytetään 5 °C:n lämpötilassa ja HPLC-määritys tehdään 24 tunnin kuluessa valmistuksesta.
- 4.2 Suurtehonestekromatografia (HPLC)
- Liikkuva faasi: asetonitriili/asetaattipuskuri (2.15). Kolonnin läpi kulkevan liikkuvan faasin virtausnopeudeksi asetetaan  $2,0 \text{ ml/min} \pm 0,5 \text{ ml/min}$ . Detektorin aallonpituudeksi asetetaan 240 nm.
- 4.2.1 Kalibrointi
- Injektoidaan 10  $\mu\text{l}$ :n annos kutakin standardisäilöntäaineliuosta (2.17) nestekromatografiin (3.2). Jokaisesta liuksesta määritetään tutkittavien säilöntäaineiden huippujen korkeuden suhde kromatogrammeista saatavan sisäisen standardin huipun korkeuteen. Kutakin säilöntäainetta varten piirretään kuvaaja, joka esittää huipun korkeussuhteen kunkin standardiliuoksen väkevyyden funktiona.
- Varmistetaan, että kalibroinnissa käytettävillä vakioliuoksilla saavutetaan lineaarinen vaste.
- 4.2.2 Määritys
- Injektoidaan 10  $\mu\text{l}$  näyteuutetta (4.1.1) nestekromatografiin (3.2) ja tulostetaan kromatogrammi. Injektoidaan 10  $\mu\text{l}$  standardisäilöntäaineliuosta (2.17) ja tulostetaan kromatogrammi. Verrataan saatuja kromatogrammeja. Jos näyteuutteesta (4.1.1) saadussa kromatogrammissa ei näy olevan huippua, jolla olisi suunnilleen sama retentioaika kuin 2-metoksibentsoehapolla (suositeltu sisäinen standardi), injektoidaan nestekromatografiin 10  $\mu\text{l}$  näyteuutetta, johon on lisätty sisäistä standardia, (4.1.2) ja tulostetaan kromatogrammi.
- Jos näyteuutteen (4.1.1) kromatogrammissa havaitaan häiriöhuippu, jonka retentioaika on sama kuin 2-metoksibentsoehapon, on syytä valita jokin muu sopiva sisäinen standardi. (Jos kromatogrammista puuttuu jokin tutkittavista säilöntäaineista, tätä voidaan käyttää sisäisenä standardina.)
- Varmistetaan, täyttävätkö standardiliuoksella ja näyteliuoksella saadut kromatogrammit seuraavat vaatimukset:
- huonoiten erottuvan huippuparin huippujen erottuvuuden tulee olla vähintään 0,90 (huippujen erottuvuuden määritelmä on kuvassa 1).



Kuva 1: huippujen erottuvuus

Jos vaadittua erottuvuutta ei saavuteta, on joko käytettävä tehokkaampaa kolonnia tai on muutettava liikkuvan faasin koostumusta, kunnes vaatimus täyttyy.

- Kaikkien huippujen epäsymmetrisyyskerroimen  $A_s$  tulee olla 0,9—1,5. (Epäsymmetrisyyskerroimen määritelmä on kuvassa 2.) Kun kromatogrammi tulostetaan epäsymmetrisyyskerroimen määrittämistä varten, on suotavaa käyttää paperin nopeutta, joka on vähintään 2 cm/min.



Kuva 2: huipun epäsymmetrisyyskerroin

- perusviivan tulee olla vakaa.

## 5. Laskelmat

Happamien säilöntäaineiden pitoisuudet näyteliuoksessa lasketaan käyttämällä tutkittavien säilöntäaineiden huippujen korkeuden suhdetta 2-metoksibentsoehapon (sisäinen standardi) huipun korkeuteen sekä kalibrointikuvaajaa. Bentsoehapon, 4-hydroksibentsoehapon, sorbiinihapon ja salisyylihapon pitoisuudet massaprosenteina ( $x_i$ ) lasketaan seuraavan kaavan avulla:

$$x_i \% (m/m) = \frac{100 \cdot 20 \cdot b}{10^6 \cdot a} = \frac{b}{500 \cdot a}$$

jossa:

$b$  = kalibrointikuvaajasta saatu säilöntäaineen pitoisuus ( $\mu\text{g/ml}$ ) näyteuutteessa (4.1.2)

$a$  = näyteannoksen (4.1.2) massa (g)

**6. Toistettavuus<sup>(1)</sup>**

Kun 4-hydroksibentsoehapon pitoisuus on 0,40 %, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,035 %.

Kun bentsoehapon pitoisuus on 0,50 %, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,050 %.

Kun salisylihapon pitoisuus on 0,50 %, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,045 %.

Kun sorbiinihapon pitoisuus on 0,60 %, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,035 %.

**7. Huomautukset**

7.1 Esitetylle menetelmälle tehdyt kestävyystestit osoittavat, että näytteeseen happojen uuttamiseksi lisättävän rikkihapon määrä on kriittinen, ja käsiteltävän näytteen määrää koskevia rajoja on syytä noudattaa.

7.2 Haluttaessa voidaan käyttää sopivaa suojakolonnia.

**C. PROPIONIHAPON MÄÄRITYS****1. Laajuus ja soveltamisala**

Tämä menetelmä soveltuu propionihapon määritykseen kosmeettisista tuotteista, kun sen pitoisuus on enintään 2 % (m/m).

**2. Määritelmä**

Tällä menetelmällä mitattu propionihapon pitoisuus ilmaistaan massaprosentteina (% m/m) tuotteen massasta.

**3. Periaate**

Tuotteesta uutettu propionihappo määritetään kaasukromatografian avulla käyttäen 2-metyyli-propionihappoa sisäisenä standardina.

**4. Reagenssit**

Kaikkien reagenssien tulee olla analyysilaatua; käytettävän veden on oltava tislattua tai laadultaan vastaavaa vettä.

4.1 Etanoli 96 % (V/V)

4.2 Propionihappo

4.3 2-Metyylipropionihappo

4.4 Ortofosforihappo, 10 % (m/V)

4.5 Propionihappoliuos.

Punnitaan tarkasti noin 1,00 g (p grammaa) propionihappoa 50 ml:n mittapulloon, joka täytetään mittatilavuuteen etanolilla (4.1).

4.6 Sisäinen standardiliuos.

Punnitaan tarkasti noin 1,00 g (e grammaa) 2-metyylipropionihappoa 50 ml:n mittapulloon, joka täytetään mittatilavuuteen etanolilla (4.1).

<sup>(1)</sup> ISO 5725

**5. Laitteisto**

- 5.1 Tavanomainen laboratoriovälineistö sekä lisäksi:
- 5.2 Kaasukromatografi, jossa on liekki-ionisaatiodektoni
- 5.3 Lasinen koeputki (20 × 150 mm), jossa on kierrekorkki
- 5.4 Vesihaude, jonka lämpötila on 60 °C
- 5.5 Lasinen 10 ml:n ruisku, jossa on suodatinkalvo (huokoskoko: 0,45 μm)

**6. Menettely****6.1 Näytteen valmistus****6.1.1 Näytteen valmistus ilman sisäistä standardia**

Lasiseen koeputkeen (5.3) punnitaan noin 1 g näytettä. Lisätään 0,5 ml fosforihappoa (4.4) ja 9,5 ml etanolia (4.1).

Suljetaan putki ja ravistetaan sitä voimakkaasti. Tarvittaessa putki pannaan 60 °C:n lämpöiseen vesihauteeseen (5.4) viideksi minuutiksi, jotta rasvafaasi liukenee täydellisesti. Jäähdytetään nopeasti juoksevassa vedessä. Osa liuosta suodatetaan kalvosuodattimen (5.5) läpi. Kromatografin määrittäminen on tehtävä suodoksesta saman päivän kuluessa.

**6.1.2 Näytteen valmistus, kun lisätään sisäistä standardia**

Lasiseen koeputkeen (5.3) punnitaan kolmen desimaalin tarkkuudella 1 g ± 0,1 g (a grammia) näytettä. Lisätään 0,5 ml fosforihappoa (4.4), 0,50 ml sisäistä standardiliuosta (4.6) ja 9 ml etanolia (4.1).

Suljetaan putki ja ravistetaan sitä voimakkaasti. Tarvittaessa putki pannaan 60 °C:n lämpöiseen vesihauteeseen (5.4) viideksi minuutiksi, jotta rasvafaasi liukenee täydellisesti. Jäähdytetään nopeasti juoksevassa vedessä. Osa liuosta suodatetaan kalvosuodattimen (5.5) läpi. Kromatografin määrittäminen on tehtävä suodoksesta saman päivän kuluessa.

**6.2 Kaasukromatografiaolosuhteet**

Suosittelavat olosuhteet ovat seuraavat:

**Kolonni**

Laji	ruostumaton teräs
Pituus	2 m
Halkaisija	1/8"
Täyte	10 % SP <sup>TM</sup> 1000 (tai vastaava) + 1 % H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> Chromosorb WAW:ssä (100—120 mesh)

**Lämpötila**

Injektori	200 °C
Kolonni	120 °C
Detektori	200 °C
Kantajakaasu	typpi
Virtausnopeus	25 ml/min

**6.3 Kromatografia****6.3.1 Kalibrointi**

Siirretään pipetillä 0,25, 0,50, 1,00, 2,00 ja 4,00 ml propionihappoliuosta (4.5) viiteen 20 ml:n mittapulloon. Siirretään kuhunkin mittapulloon pipetillä 1,00 ml sisäistä standardiliuosta (4.6); pullot täytetään mittatilavuuteen etanolilla (4.1) ja sekoitetaan. Näin valmistetut liuokset sisältävät sisäisenä standardina e mg/ml (so. 1 mg/ml, jos e = 1,000) 2-metyylipropionihappoa ja p/4, p/2, p, 2p ja 4p mg/ml (so. 0,25, 0,50, 1,00, 2,00 ja 4,00 mg/ml, jos p = 1,000) propionihappoa.

Injektoidaan 1 μl kutakin näistä liuoksista ja piirretään niitä vastaava kalibrointikuvaaja siten, että x-akselin arvot ilmaisevat propionihapon ja 2-metyylipropionihapon massojen suhteen ja y-akselin arvot ilmaisevat vastaavien huippujen pinta-alojen suhteen.

Kutakin liuosta injektoidaan kolme kertaa, ja niistä lasketaan huippujen pinta-alasuhteen keskiarvo.

#### 6.3.2 Määrittäminen

Injektoidaan 1 µl näytesyodosta (6.1.1). Verrataan kromatogrammia standardiliuoksen (6.3.1) kromatogrammiin. Jos huipun retentioaika on suunnilleen sama kuin 2-metyylipropionihapolla, on käytettävä jotakin muuta sisäistä standardia. Jos päällekkäisyyksiä ei esiinny, ruiskutetaan 1 µl näytesyodosta (6.1.2) ja mitataan propionihapon huipun ja sisäisen standardin huipun pinta-alat.

Kutakin liuosta injektoidaan kolme kertaa, ja niistä lasketaan huippujen pinta-alasuhteen keskiarvo.

### 7. Laskelmat

7.1 Määritetään 6.3.1 kohdassa saadusta kalibrointikuvaajasta 6.3.2 kohdassa laskettua huippujen pinta-alasuhdetta vastaava massasuhte (K).

7.2 Näin saadusta massasuhteesta lasketaan näytteen propionihappopitoisuus (X) massaprosentteina seuraavan kaavan avulla:

$$x \% (m/m) = K \frac{0,5 \cdot 100 \cdot e}{50 \cdot a} = K \frac{e}{a}$$

jossa K = suhde, joka saatiin 7.1 kohdassa

e = 4.6 kohdassa punnitun sisäisen standardin massa grammoina

a = 6.1.2 kohdassa punnitun näytteen massa grammoina

Tulokset pyöristetään yhteen desimaaliin.

### 8. Toistettavuus<sup>(1)</sup>

Kun propionihapon pitoisuus on 2 % (m/m), samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,12 %.

## II. HYDROKINONIN, HYDROKINONIN MONOMETYYLIEETTERIN, HYDROKINONIN MONOETYYLIEETTERIN JA HYDROKINONIN MONOBENTSYYLIEETTERIN TOTEAMINEN JA MÄÄRITYS KOSMEETTISISTA TUOTTEISTA

### A. TOTEAMINEN

#### 1. Laajuus ja soveltamisala

Tässä menetelmässä kuvataan hydrokinonin, hydrokinonin monometyylieetterin, hydrokinonin monoetyylieetterin ja hydrokinonin monobentsyylieetterin (monobentsonin) toteaminen ja määrittäminen ihon vaalentamiseen tarkoitetuista kosmeettisista tuotteista

#### 2. Periaate

Hydrokinoni ja sen eetterit todetaan ohutkerroskromatografialla (TLC).

#### 3. Reagenssit

Kaikkien reagenssien tulee olla analyysilaatua.

<sup>(1)</sup> ISO 5725

- 3.1 Etanoli, 96 % (V/V)
- 3.2 Kloroformi
- 3.3 Dietyylieetteri
- 3.4 Kehiteliuotin:  
kloroformi/dietyylieetteri, 66:33 (V/V)
- 3.5 Ammoniakki, 25 % (m/m) ( $d_4^{20} = 0,91$  g/ml)
- 3.6 Askorbiinihappo
- 3.7 Hydrokinoni
- 3.8 Hydrokinonin monometyylieetteri
- 3.9 Hydrokinonin monoetyylieetteri
- 3.10 Hydrokinonin monobentsyylieetteri (monobentsoni)
- 3.11 Vertailuliukset
- Seuraavat vertailuliukset on valmistettava juuri ennen käyttöä, ja ne säilyvät yhden päivän.
- 3.11.1 Punnitaan 0,05 g hydrokinonia (3.7) asteikolla varustettuun 10 ml:n koeputkeen. Lisätään 0,250 g askorbiinihappoa (3.6) ja 5 ml etanolia (3.1). Lisätään ammoniakkia (3.5), kunnes pH on 10; lisätään etanolia (3.1), kunnes tilavuus on 10 ml.
- 3.11.2 Punnitaan 0,05 g hydrokinonin monometyylieetteriä (3.8) asteikolla varustettuun 10 ml:n koeputkeen. Lisätään 0,250 g askorbiinihappoa (3.6) ja 5 ml etanolia (3.1). Lisätään ammoniakkia (3.5), kunnes pH on 10; lisätään etanolia (3.1), kunnes tilavuus on 10 ml.
- 3.11.3 Punnitaan 0,05 g hydrokinonin monoetyylieetteriä (3.9) asteikolla varustettuun 10 ml:n koeputkeen. Lisätään 0,250 g askorbiinihappoa (3.6) ja 5 ml etanolia (3.1). Lisätään ammoniakkia (3.5), kunnes pH on 10; lisätään etanolia (3.1), kunnes tilavuus on 10 ml.
- 3.11.4 Punnitaan 0,05 g hydrokinonin monobentsyylieetteriä (3.10) asteikolla varustettuun 10 ml:n koeputkeen. Lisätään 0,250 g askorbiinihappoa (3.6) ja 5 ml etanolia (3.1). Lisätään ammoniakkia (3.5), kunnes pH on 10; lisätään etanolia (3.1), kunnes tilavuus on 10 ml.
- 3.12 Hopeanitraatti
- 3.13 12-Molybdofosforihappo
- 3.14 Kaliumferrisyaniidiheksahydraatti
- 3.15 Ferrikloridi, heksahydraatti
- 3.16 Sumutereagensit
- 3.16.1 Lisätään hopeanitraatin (3.12) 5-prosenttiseen (m/V) vesiliuokseen ammoniakkia (3.5), kunnes muodostuva sakka liukenee.
- Varoitus: liuos muuttuu seisottuaan herkästi räjähtäväksi, joten se on heitettävä pois käytön jälkeen.
- 3.16.2 12-molybdofosforihapon (3.13) 10-prosenttinen (m/V) etanoliliuos (3.1).

- 3.16.3 Valmistetaan kaliumferrisyaniidin (3.14) 1-prosenttinen (m/V) vesiliuos ja ferrikloridin (3.15) 2-prosenttinen vesiliuos. Sekoitetaan yhtä suuri määrä kumpaakin liuosta juuri ennen käyttöä.
4. **Laitteisto**
- Tavanomainen laboratoriovälineistö ja seuraavat:
- 4.1 Tavanomainen TLC-laitteisto.
- 4.2 Käyttövalmiita TLC-levyjä: silikageeli GHR/UV<sub>254</sub>; 20 cm × 20 cm (Machery, Nagel tai vastaava) kerrospaksuus 0,25 mm
- 4.3 Ultraäänihaude.
- 4.4 Sentrifugi.
- 4.5 Ultraviolettilamppu, 254 nm.
5. **Menettely**
- 5.1 Näytteen valmistus
- Punnitaan 3,0 g näytettä asteikolla varustettuun 10 ml:n koeputkeen. Lisätään 0,250 g askorbiinihappoa (3.6) ja 5 ml etanolia (3.1). Säädetään liuoksen pH 10:een käyttämällä ammoniakkia (3.5). Lisätään etanolia, kunnes tilavuus on 10 ml. Suljetaan koeputki tulpalla ja homogenoidaan ultraäänihauhteessa 10 minuutin ajan. Suodatetaan suodatinpaperin läpi tai sentrifugoidaan nopeudella 3 000 kierrosta/min.
- 5.2 TLC
- 5.2.1 Kyllästetään kromatografiasäiliö kehitteluoittimella (3.4).
- 5.2.2 Pannaan levyille 2 µl vertailuliuoksia (3.11) ja 2 µl näyteliuosta (5.1). Kehitetään pimeässä huoneenlämpötilan vallitessa, kunnes liuotin on edennyt 15 cm lähtötasosta.
- 5.2.3 Poistetaan levy ja annetaan sen kuivua huoneenlämpötilassa.
- 5.3 Tunnistaminen
- 5.3.1 Levyä tarkastellaan ultravioletivalossa, jonka aallonpituus on 254 nm, ja merkitään täplien paikat.
- 5.3.2 Levy sumutetaan:
- hopeanitraattireagenssilla (3.16.1);
  - tai: 12-molybdofosforihapporeagenssilla (3.16.2); kuumennetaan n. 120 °C:n lämpötilaan;
  - tai: kaliumferrisyaniidiliuoksella ja ferrikloridiliuoksella (3.16.3).
6. **Toteaminen**
- Lasketaan kunkin täplän R<sub>f</sub>-arvo.
- Verrataan näyteliuoksen täpliä vertailuliuoksen täpliin seuraavien ominaisuuksien osalta: täplien R<sub>f</sub>-arvot, täplien väri ultravioletivalossa ja täplien väri sen jälkeen, kun ne on tehty näkyviksi sumutereagenssilla.
- Suoritetaan seuraavassa B jaksossa esitetty HPLC-määritys ja verrataan näytteiden huippujen retentioaikoja vertailuliuosten huippujen retentioaikoihin. TLC- ja HPLC-määritysten tulokset yhdistetään hydrokinonin ja/tai sen eetterien toteamiseksi.
7. **Huomautuksia**
- Edellä esitetyissä olosuhteissa saatiin seuraavat R<sub>f</sub>-arvot:



hydrokinoni	0,32
hydrokinonin monometyylieetteri	0,53
hydrokinonin monoetyylieetteri	0,55
hydrokinonin monobentsyyalieetteri	0,58

## B. MÄÄRITYS

### 1. Laajuus ja soveltamisala

Tässä menetelmässä vahvistetaan menettely hydrokinonin, hydrokinonin monometyylieetterin, hydrokinonin monoetyylieetterin ja hydrokinonin monobentsyyalieetterin määrittämiseksi ihon vaalentamiseen tarkoitettuja kosmeettisia tuotteita.

### 2. Periaate

Näyte uutetaan veden ja metanolin seoksella lämmittäen varovasti niin, että kaikki rasva-aines sulaa. Määritys tehdään tästä liuksesta käänteisfaasinestekromatografialla käyttäen ultravioletti-ilmaisua.

### 3. Reagenssit

3.1 Kaikkien reagenssien on oltava analyysilaatua. Käytettävän veden on oltava tislattua vettä tai puhtaudeltaan vähintään vastaavaa vettä.

3.2 Metanoli

3.3 Hydrokinoni

3.4 Hydrokinonin monometyylieetteri

3.5 Hydrokinonin monoetyylieetteri

3.6 Hydrokinonin monobentsyyalieetteri

3.7 Tetrahydrofuraani, HPLC-laatua

3.8 Veden ja metanolin seos 1:1 (V/V). Sekoitetaan 1 tilavuusosa vettä ja 1 tilavuusosa metanolia (3.2).

3.9 Liikkuva faasi: tetrahydrofuraanin ja veden seos 45:55 (V/V). Sekoitetaan 45 tilavuusosaa tetrahydrofuraania (3.7) ja 55 tilavuusosaa vettä.

3.10 Vertailuliuos

Punnitaan 0,06 g hydrokinonia (3.3), 0,08 g hydrokinonin monometyylieetteriä (3.4), 0,10 g hydrokinonin monoetyylieetteriä (3.5) ja 0,12 g hydrokinonin monobentsyyalieetteriä (3.6) 50 ml:n mittapulloon. Liuotetaan metanoliin (3.2), jota lisätään mittatilavuuteen asti. Valmistetaan vertailuliuos laimentamalla 10,00 ml tätä liuosta 50,00 ml:n tilavuuteen veden ja metanolin seoksella (3.8). Näiden liuosten tulee olla äskettäin valmistettuja.

### 4. Laitteisto

Tavanomainen laboratoriovälineistö ja lisäksi seuraavat:

4.1 Vesihaude, jossa voidaan pitää yllä 60 °C:n lämpötilaa.

4.2 Suurtehonestekromatografi (HPLC), jonka ultraviolettidetektorin aallonpituus on muutettavissa ja jossa on 10 µl:n injektiosilmukka.

4.3 Määrityskolonni:

Ruostumattomasta teräksestä tehty kromatografiakolonni, jonka pituus on 250 mm, sisähalkaisija 4,6 mm ja joka on täytetty Zorbax phenylillä (kemiallisesti sidostettu fenetyylisilaani Zorbax

SIL:n pinnalla, päädyt käsitelty trimetyylikloorisilaanilla), hiukkaskoko 6  $\mu\text{m}$ , tai vastaava. Suojakolonnia ei saa käyttää (lukuun ottamatta fenyyli suojaa tai vastaavaa).

4.4 Suodatinpaperi, halkaisija 90 mm, Schleicher and Schull, Weissband n:o 5892 tai vastaava.

## 5. Menettely

### 5.1 Näytteen valmistus

Punnitaan kolmen desimaalin tarkkuudella 1 g  $\pm$  0,1 g (a grammaa) näytettä 50 ml:n mittapulloon. Näyte dispergoidaan 25 ml:aan veden ja metanolin seosta (3.8). Pullo suljetaan ja sitä ravistetaan voimakkaasti, kunnes syntyy homogeeninen suspensio. Seosta on ravistettava vähintään yhden minuutin ajan. Pullo asetetaan vesihautteeseen (4.1) ja pidetään 60 °C:n lämpötilassa uuttamisen tehostamiseksi. Pullo jäädytetään ja täytetään mittatilavuuteen veden ja metanolin seoksella (3.8). Uute suodatetaan suodatinpaperilla (4.4). HPLC-määritys tehdään 24 tunnin kuluessa uutteen valmistamisesta.

### 5.2 HPLC-kromatografia

5.2.1 Liikkuvan faasin (3.9) virtausnopeudeksi asetetaan 1,0 ml/min ja detektorin aallonpituudeksi 295 nm.

5.2.2 Injektoidaan 10  $\mu\text{l}$  5.1 kohdan mukaisesti valmistettua näyteliuosta ja tulostetaan kromatogrammi. Mitataan huippujen alat. Tehdään 5.2.3 kohdassa kuvattu kalibrointi. Verrataan näyteliuoksen ja standardiliuoksen kromatogrammeja. Määritettävien yhdisteiden pitoisuus näyteliouksessa lasketaan huippujen pinta-alan ja 5.2.3 kohdassa laskettujen vastekertoimien (RF) avulla.

### 5.2.3 Kalibrointi

Injektoidaan 10  $\mu\text{l}$  vertailuliuosta (3.10) ja tulostetaan kromatogrammi. Injektoidaan useita kertoja, kunnes huipun pinta-ala pysyy vakiona.

Määritetään vastekerroin RF<sub>i</sub>:

$$\text{RF}_i = \frac{p_i}{c_i}$$

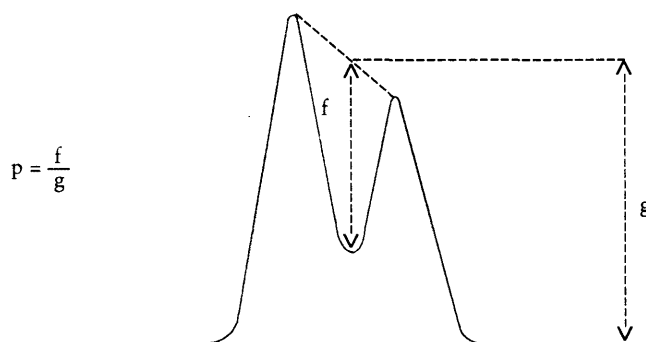
jossa:

$p_i$  = hydrokinonin, hydrokinonin monometyylieetterin, hydrokinonin monoetyylieetterin ja hydrokinonin monobentsyylieetterin huippujen pinta-alat, ja

$c_i$  = hydrokinonin, hydrokinonin monometyylieetterin, hydrokinonin monoetyylieetterin ja hydrokinonin monobentsyylieetterin pitoisuudet (g/50 ml) vertailuliouksessa (3.10).

On varmistettava, täyttävätkö standardiliuoksella ja näyteliouksella saadut kromatogrammit seuraavat vaatimukset:

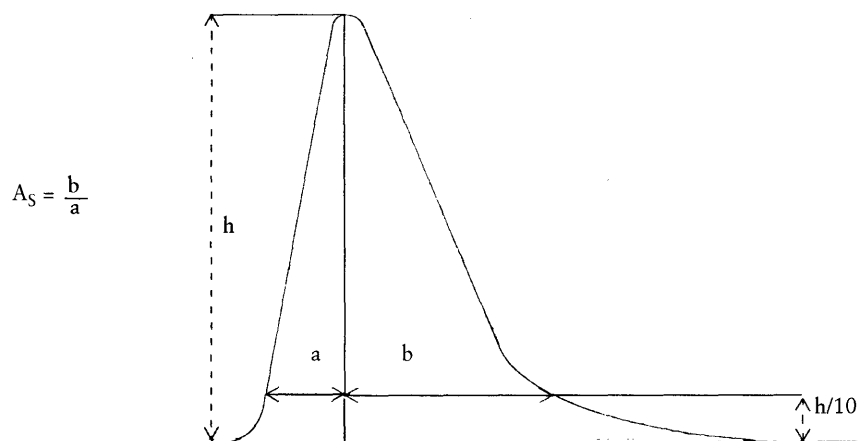
— huonoiten erottuvan huippuparin huippujen erottuvuuden tulee olla vähintään 0,90 (huippujen erottuvuuden määritelmä on kuvassa 1).



Kuva 1: huippujen erottuvuus

Jos vaadittua erottuvuutta ei saavuteta, on joko käytettävä tehokkaampaa kolonnia tai on muutettava liikkuvan faasin koostumusta, kunnes vaatimus täyttyy.

- Kaikkien huippujen epäsymmetrisyyskerroimen  $A_s$  tulee olla 0,9—1,5. (Epäsymmetrisyyskerroimen määrittely on kuvassa 2.) Kun kromatogrammi tulostetaan epäsymmetrisyyskerroimen määrittämistä varten, on suotavaa käyttää paperin nopeutta, joka on vähintään 2 cm/min.



Kuva 2: huipun epäsymmetrisyyskerroin

- perusviivan tulee olla vakaa.

## 6. Laskelmat

Määrittävän yhdisteen (yhdisteiden) pitoisuus (pitoisuudet) näytteessä lasketaan niiden tuottamien huippujen pinta-aloista.  $M$  pitoisuus näytteessä massaprosentteina ( $x_i$ ) lasketaan kaavalla:

$$x_i \% (m/m) = \frac{b_i \cdot 100}{RF_i \cdot a}$$

jossa:

$a$  = näytteen massa grammoina, ja

$b_i$  = näytteessä olevan määrittävän yhdisteen  $i$  huipun pinta-ala

## 7. Toistettavuus<sup>(1)</sup>

- 7.1 Kun hydrokinonipitoisuus on 2,0%, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,13%.
- 7.2 Kun hydrokinonin monometyylieetterin pitoisuus on 1,0%, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,1%.
- 7.3 Kun hydrokinonin monoetyylieetterin pitoisuus on 1,0%, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,11%.
- 7.4 Kun hydrokinonin monobentsyylieetterin pitoisuus on 1,0%, samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,11%.

## 8. Uusittavuus<sup>(1)</sup>

- 8.1 Kun hydrokinonipitoisuus on 2,0%, samasta näytteestä eri olosuhteissa (eri laboratoriot, eri henkilöt, eri laitteisto ja/tai eri aika) tehdyn kahden määrityksen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,37%.

<sup>(1)</sup> ISO 5725

- 8.2 Kun hydrokinonin monometyylieetterin pitoisuus on 1,0 %, samasta näytteestä eri olosuhteissa (eri laboratoriot, eri henkilöt, eri laitteisto ja/tai eri aika) tehdyn kahden määrittämisen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,21 %.
- 8.3 Kun hydrokinonin monoetyylieetterin pitoisuus on 1,0 %, samasta näytteestä eri olosuhteissa (eri laboratoriot, eri henkilöt, eri laitteisto ja/tai eri aika) tehdyn kahden määrittämisen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,19 %.
- 8.4 Kun hydrokinonin monobentsyylieetterin pitoisuus on 1,0 %, samasta näytteestä eri olosuhteissa (eri laboratoriot, eri henkilöt, eri laitteisto ja/tai eri aika) tehdyn kahden määrittämisen tulosten eron ei pitäisi olla suurempi kuin 0,11 %.

## 9. Huomautuksia

- 9.1 Jos hydrokinonipitoisuus on huomattavasti suurempi kuin 2 % ja tarvitaan tarkka arvio pitoisuudesta, näyte (5.1) on laimennettava väkevyyteen, joka vastaa hydrokinonipitoisuudeltaan 2-prosenttistä näytettä saatavaa uutetta; tämän jälkeen määrittäminen toistetaan.

(Joissakin laitteissa detektorin absorbanssi ei suurilla hydrokinonipitoisuuksilla ole enää lineaarisella alueella.)

## 9.2 Häiriöt

Edellä esitetyn menetelmän avulla voidaan määrittää hydrokinoni ja sen eetterit yhdellä määrittämiskerralla samanaikaisesti. Fenyylkolonin käyttö takaa hydrokinonin riittävän retention, mitä ei voida taata käytettäessä C18-kolonia edellä kuvatun liikkuvan faasin kanssa.

Käytetty menetelmä on kuitenkin altis häiriöille, joita monet parabeenit voivat aiheuttaa. Jos häiriöitä esiintyy, määrittäminen on syytä toistaa käyttäen erilaista liikkuvan faasin ja stationaarifaasin yhdistelmää. Sopivia menetelmiä on viitteissä 1 ja 2, nimittäin:

Koloni: Zorbax ODS, 4,6 mm × 25 cm tai vastaava

Lämpötila: 36 °C

virtaus: 1,5 ml/min

liikkuva faasi:

hydrokinonia varten: metanoli-vesiseos 5/95 (V/V)

hydrokinonin monometyylieetteriä varten: metanoli-vesiseos 30/70 (V/V)

hydrokinonin monobentsyylieetteriä varten: metanoli-vesiseos 80/20 (V/V)<sup>(1)</sup>

Koloni: Spherisorb S5-ODS tai vastaava

liikkuva faasi: vesi-metanoliseos 90/10 (V/V)

virtaus: 1,5 ml/min

Nämä olosuhteet soveltuvat hydrokinonille<sup>(2)</sup>.

<sup>(1)</sup> M. Herpol-Borremans et M.-O. Masse, Identification et dosage de l'hydroquinone et de ses éthers méthylique et benzylique dans les produits cosmétiques pour blanchir la peau. Int. j. Cosmet. Sci. 8 203—214 (1986).

<sup>(2)</sup> J. Firth and I. Rix, Determination of Hydroquinone in skin toning creams, Analyst (1986), III, p. 129.