

31983L0514

1983.10.24.

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

L 291/9

A BIZOTTSÁG HARMADIK IRÁNYELVE**(1983. szeptember 27.)****a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről****(83/514/EGK)**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

mivel az ezen irányelv által meghatározott intézkedések összhangban vannak a 76/768/EGK irányelvnek a műszaki fejlődéshez való hozzáigazításával foglalkozó bizottság véleményével,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

tekintettel a legutóbb a 83/341/EGK irányelvvel ⁽¹⁾ módosított, a kozmetikai termékekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1976. július 27-i 76/768/EGK tanácsi irányelv ⁽²⁾ és különösen annak 8. cikke (1) bekezdésére,

A tagállamok megtesznek minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy a kozmetikai termékek hivatalos vizsgálata során:

mivel a 76/768/EGK irányelv rendelkezik a kozmetikai termékek hivatalos vizsgálatáról azzal a céllal, hogy biztosítsa a kozmetikai termékek összetételére vonatkozó közösségi rendelkezések alapján előírt feltételek teljesülését;

– a diklór-metán és az 1,1,1-triklór-etán mennyiségi meghatározása,

– a 8-kinolinol és a bis(8-hidroxi-kinolínium)-szulfát azonosítása és mennyiségi meghatározása,

– az ammónia mennyiségi meghatározása,

– a nitrometán azonosítása és mennyiségi meghatározása,

– a tioglikosav azonosítása és mennyiségi meghatározása a hajhullámosító, a hajkiegyenesítő és a szőrtelenítő termékekben,

– a hexaklorofén (INN) azonosítása és mennyiségi meghatározása,

– a tozil-klóramid-nátrium (INN) mennyiségi meghatározása,

– az összes fluor mennyiségi meghatározása fogkrémekben,

– szerves higanyvegyületek azonosítása és mennyiségi meghatározása,

mivel minden szükséges vizsgálati módszert a lehető leggyorsabban meg kell határozni; mivel e cél elérése érdekében két lépés már megvalósult bizonyos módszereknek a 80/1335/EGK ⁽³⁾ és 82/434/EGK ⁽⁴⁾ bizottsági irányelvben történt meghatározásával, a harmadik lépés további módszerek meghatározásából áll, amelyek a diklór-metán és az 1,1,1-triklór-etán mennyiségi meghatározására, a 8-kinolin-ol (8-hidroxi-kinolin) és a bis(8-hidroxi-kinolínium)-szulfát azonosítására és mennyiségi meghatározására, az ammónia mennyiségi meghatározására, a nitrometán azonosítására és mennyiségi meghatározására, a tioglikosav azonosítására és mennyiségi meghatározására a hajhullámosító, a hajkiegyenesítő és a szőrtelenítő termékekben, a hexaklorofén (INN), a tozil-klóramid-nátrium (INN) tionszármazéka azonosítására és mennyiségi meghatározására, az összes fluor fogkrémekben való meghatározására, szerves higanyvegyületek azonosítására és mennyiségi meghatározására, alkáli- és alkáliföld-szulfidok mennyiségi meghatározására vonatkoznak;

⁽¹⁾ HL L 188., 1983.7.13., 15. o.

⁽²⁾ HL L 262., 1976.9.27., 169. o.

⁽³⁾ HL L 383., 1980.12.31., 27. o.

⁽⁴⁾ HL L 185., 1982.6.30., 1. o.

– alkáli és alkáliföld szulfidok mennyiségi meghatározása,
a mellékletben leírt módszereknek megfelelően történjék.

2. cikk

A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1984. december 31-e előtt megfeleljenek.

Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1983. szeptember 27-én.

a Bizottság részéről

Frans ANDRIESEN

a Bizottság tagja

MELLÉKLET

A DIKLÓR-METÁN ÉS AZ 1,1,1-TRIKLÓR-ETÁN MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA**1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET**

Ez a módszer a diklór-metán (metilén-klorid) és az 1,1,1-triklór-etán (metil-kloroform) mennyiségi meghatározását írja le az összes olyan kozmetikai termék esetében, amely valószínűsíthetően tartalmazza ezeket az oldószereket.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott diklór-metán és 1,1,1-triklór-etán tartalmát tömegszázalékban fejezzük ki.

3. ALAPELV

A módszer kloroformos gázkromatográfiát, mint belső standardot alkalmaz.

4. REAGENSEK

Minden vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Kloroform (CHCl_3).

4.2. Szén-tetraklorid (CCl_4).

4.3. Diklór-metán (CH_2Cl_2).

4.4. 1,1,1-triklór-etán (CH_3CCl_3).

4.5. Aceton.

4.6. Nitrogén.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.2. Gázkromatográf, hővezető detektorral felszerelve.

5.3. Mintavételi palack, 50 és 100 ml közötti (lásd 5.3. mintavételi módszer) ⁽¹⁾.

5.4. Fecskendő nyomás alatt lévő gázhoz, 25 vagy 50 µl-es (lásd 5.3. mintavételi módszer) ⁽¹⁾.

6. ELJÁRÁS

6.1. Nem nyomás alatt lévő minta: pontosan mérjük be a mintát egy dugóval ellátott Erlenmeyer lombikba. Vezessünk bele belső standardként pontosan megmért mennyiségű, a mintában feltételezhetően megtalálható diklór-metánnal és 1,1,1-triklór-etánnal egyenértékű kloroformot (4.1.). Alaposan keverjük össze.

⁽¹⁾ HL L 383., 1980.12.31., 27. o.

- 6.2. Nyomás alatt lévő minta: alkalmazzuk a mintavételi fejezetben megadott mintavételi módszert, de a következő finomításokkal:
- 6.2.1. Miután áttöltöttük a mintát egy mintagyűjtő palackba (5.3.), vezessünk bele belső standardként adott térfogatú kloroformot (4.1.), annyit, amennyi a mintában feltételezhetően megtalálható diklór-metánnal és/vagy 1,1,1-triklór-etánnal egyenértékű. Alaposan keverjük össze. Öblítsük át a szelep holtterfogatát 0,5 ml szén-tetrakloriddal (4.2.). Szárítás után a különbségből határozzuk meg pontosan a belső standard által hozzáadott tömeget.
- 6.2.2. Miután megtöltöttük a fecskendő a mintával, a fecskendő szórófejét át kell fúvatni nitrogénnel (4.6.) úgy, hogy ne maradjon semmilyen maradék a kromatográfba történő fecskendezés előtt.
- 6.2.3. Minden egyes minta betöltése után a szelep és a csatlakozóelem felületét meg kell mosni néhányszor acetonnal (4.5.) (szükség esetén injekciós fecskendő alkalmazásával) és azután alaposan meg kell szárítani nitrogénnel (4.6.).
- 6.2.4. Minden elemzés esetén alkalmazzunk két különböző mintagyűjtő palackot, és minden palackkal végezzünk öt mérést.

7. KROMATOGRÁFIÁS KÖRÜLMÉNYEK

7.1. **Előtét-oszlop**

Csővezés: rozsdamentes acél.

Hossz: 300 mm.

Átmérő: 3 vagy 6 mm.

Töltet: ugyanaz az anyag, amit az analitikai oszlop tölteténél alkalmaztak.

7.2. **Oszlop**

Az álló fázis sztirén-divilin-bentén hordozón Hallcomid M 18. Az oszlop „R” felbontásának 1,5 vagy annál jobbnak kell lennie:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

ahol:

r_1 és r_2 = retenció idő (percben kifejezve),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél szélessége (milliméterben kifejezve),

d' = papíradagolási sebesség (milliméter/percben kifejezve).

7.3. Példaként a következő oszlopok a kívánt eredményt adják:

Oszlop	I.	II.
Alapanyag:	Rozsdamentes acél csővezés	Rozsdamentes acél csővezés
Hossz:	350 cm	400 cm
Átmérő:	3 mm	6 mm
Hordozó:		
chromosorb:	WAW	WAW-DMCS-HP
szitaanalízis:	100-120-as mesh	60-80-as mesh
Álló fázis:	Hallcomid M 18, 10 %	Hallcomid M 18, 20 %

A hőmérsékleti körülmények a készülék függvényében változhatnak. A példákban a következőképpen vannak beállítva:

Oszlop	I.	II.
Hőmérsékletek:		
oszlop:	65 °C	75 °C
fecskendő:	150 °C	125 °C
detektor:	150 °C	200 °C
Vivőgáz:		
hélium áramlási seb.:	45 ml/perc	60 ml/perc
bemeneti nyomás:	2,5 bar	2 bar
Befecskendezés:	15 µl	15 µl

8. AZ EGYÜTTHATÓK ARÁNYOSSÁGI TÉNYEZŐJE

Készítsük el a következő, pontosan megmért keveréket egy dugóval ellátott Erlenmeyer lombikban:

Diklór-metán (4.3.), 30 % (m/m).

1,1,1-triklór-etán (4.4.), 35 % (m/m).

Kloroform (4.1.), 35 % (m/m).

9. SZÁMÍTÁSOK

9.1. **A „p” anyag, „a” belső standardként választott anyaghoz viszonyított arányossági tényezőjének kiszámítása**

Legyen az első anyag „p”, ahol:

k_p = a választényezője,

m_p = a tömege a keverékben,

A_p = a csúcsterülete.

Legyen a második anyag „a”, ahol:

k_a = a választényezője (az egységgel egyenlőnek választva),

M_a = a tömege a keverékben,

A_a = a csúcsterülete,

akkor:

$$k_p = \frac{m_p \times A_a}{M_a \times A_p}$$

Példaként a következő választényezők kaphatók meg (kloroformra: $k = 1$):

diklór-metán: $k_1 = 0,78 \pm 0,03$

1,1,1-triklór-etán: $k_2 = 1,00 \pm 0,03$

9.2. **A vizsgálati mintában lévő %-os (m/m) diklór-metán és 1,1,1-triklór-etán tartalom**

Legyen:

m_a = a bevezetett kloroform tömege (grammban),

M_s = az vizsgálati minta tömege (grammban),

A_a = a kloroform csúcsának területe,

A_1 = a diklór-metán csúcsának területe,

A_2 = az 1,1,1-triklór-metán csúcsának területe,

akkor:

$$\% (m/m) \text{ CH}_2\text{Cl}_2 = \frac{m_p \times A_1 \times k_1 \times 100}{A_a \times M_s}$$

$$\% (m/m) \text{ CH}_3\text{CCl}_3 = \frac{m_p \times A_2 \times k_2 \times 100}{A_a \times M_s}$$

10. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

25 %-os (m/m) diklór-metán és/vagy 1,1,1-triklór-etán tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 2,5 %-ot (m/m).

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

8-KINOLINOL ÉS A BIS (8-HIDROXI-KINOLÍNIUM)-SZULFÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA**1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET**

Ez a módszer a 8-kinolinolnak és szulfátjának azonosítását és mennyiségi meghatározását írja le.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott 8-kinolinol és a bis(8-hidroxi-kinolínium)-szulfát tartalmát a 8-kinolinolra vonatkoztatott tömegszázalékban fejezzük ki.

3. ALAPELV**3.1. Azonosítás**

Azonosítás vékonyréteg kromatográfia alkalmazásával.

3.2. Meghatározás

A meghatározást spektrofotometriával végezzük 410 nm-en, a Fehling oldattal végbement reakció terméként kapott komplexen.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. 8-kinolinol.**4.2. Benzol.** Tekintettel a benzol mérgező tulajdonságára, nagy óvatossággal kell eljárni ennek az anyagnak a használatakor.**4.3. Kloroform.****4.4. Nátrium-hidroxid vizes oldata, 50 % (m/m).****4.5. Réz-szulfát pentahidrát.****4.6. Kálium-nátrium-tartarát.****4.7. M sósav.****4.8. 0,5 M kénsav.****4.9. M nátrium-hidroxid oldat.****4.10. Etanol.****4.11. 1-butanol.****4.12. Jégecet.**

- 4.13. 0,1 sósav.
- 4.14. „Celite 545” vagy annak megfelelő.
- 4.15. **Összehasonlító oldatok**
- 4.15.1. Mérjük be 100 mg 8-kinolinolt (4.1.) egy 100 ml-es közönséges lombikba. Oldjuk fel egy kevés kénsavban (4.8.). Töltsük fel a jelig kénsavval (4.8.).
- 4.15.2. Mérjük be 100 mg 8-kinolinolt (4.1.) egy 100 ml-es közönséges lombikba. Oldjuk fel etanolban (4.10.). Töltsük fel a jelig etanollal (4.10.) és keverjük össze.
- 4.16. **Fehling oldat**
- A oldat*
- Mérjük be 7 g réz-szulfát pentahidrátot (4.5.) egy 100 ml-es közönséges lombikba. Oldjuk fel egy kevés vízben. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze.
- B oldat*
- Mérjük be 35 g kálium-nátrium-tartarátot (4.6.) egy 100 ml-es közönséges lombikba. Oldjuk fel 50 ml vízben. Adjunk hozzá 20 ml nátrium-hidroxidot (4.4.). Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. Közvetlenül használat előtt pipettázzunk ki 10 ml „A” oldatot és 10 ml „B” oldatot egy 100 ml-es közönséges lombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze.
- 4.17. **Elutív oldószerek a vékonyréteg kromatográfiához**
- I: 1-butanol (4.11.)/ecetsav (4.12.)/víz (80: 20: 20; v/v/v, [térfogatarány]).
- II: kloroform (4.13.)/ecetsav (4.12.) (95:5; v/v, [térfogatarány]).
- 4.18. 2,6-diklór-4-(klórimino)-ciklohexa-2,5-dienon, 1 %-os (m/v) etanolos oldata (4.10.).
- 4.19. Nátrium-karbonát, 1 %-os (m/v) vizes oldata.
- 4.20. Etanol (4.10.), 30 %-os (v/v) vizes oldata.
- 4.21. Dinátrium-dihidrogén-etiléndiamin-tetraacetát, 5 %-os (m/v) vizes oldata.
- 4.22. **Puffer oldat, pH 7**
- Mérjük be 27 g vízmentes kálium-dihidrogén-ortofoszfátot és 70 g dikálium-hidrogén-ortofoszfát trihidrátot egy 1 literes közönséges lombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze.
- 4.23. **Előkészített vékonyréteg lapok**
- Készgyártmány, 0,25 mm vastag vékonyréteg lapok (pl. Merck Kieselgel 60 vagy annak megfelelő). Használat előtt szórjunk rá 10 ml reagenst (4.21.) és szárítsuk meg 80 °C-on.
5. ESZKÖZÖK
- 5.1. 100 ml-es csiszolatos gömblombik.
- 5.2. Közönséges lombikok.
- 5.3. Osztással ellátott pipetták, 10 és 5ml-es.

- 5.4. Hasas pipetták, 20, 15, 10 és 5 ml-es.
- 5.5. Választótölcsérek, 100, 50 és 25 ml-es.
- 5.6. Redős szűrőpapír, 90 mm-es átmérőjű.
- 5.7. Rotációs bepárló (rota).
- 5.8. Visszafolyós hűtő csiszolt üveg nyakkal.
- 5.9. Spektrofotométer.
- 5.10. 10 mm úthosszú optikai küetták.
- 5.11. Fűthető keverő.
- 5.12. Üveg kromatográfiás oszlop méretei: 160 mm hosszú, 8 mm átmérőjű, szűkülettel az alsó végén, amely tartalmaz egy üvegyapot dugót, és a felső végén egy adaptert a nyomás alá helyezés érdekében.
6. ELJÁRÁS
- 6.1. **Azonosítás**
- 6.1.1. *Folyékony minták*
- 6.1.1.1. A vizsgálati minta egy részének pH-ját 7,5-re állítjuk és 10 µl-t cseppentünk az előkészített szilikagél vékonyréteg lap alapvonalára (4.23.).
- 6.1.1.2. Az összehasonlító oldatból (4.15.2.) 10 és 30 µl-t cseppentünk az alapvonal két további pontjára, és ezután a lapot előhívjuk a két előhívószér (4.17.) egyikével.
- 6.1.1.3. Ha az oldószerfront 150 mm-t előrehaladott, a lapot 110 °C-on szárítjuk (15 peren keresztül). UV lámpa alatt (366 nm) a 8-kinolinol csepp sárgán fluoreszkál.
- 6.1.1.4. Szórjuk be a lapot nátrium-karbonát oldattal (4.19.). Szárítsuk meg és permetezzük be 2,6-diklór-4-(klórimino)-ciklohexa-2,5-dienon oldattal (4.18.). A 8-kinolinol kék folt formájában válik láthatóvá.
- 6.1.2. *Szilárd minták vagy krémek*
- 6.1.2.1. Oszlassunk el 1g mintát 5 ml, 7 pH értékű puffer oldatban (4.22.). Ezután 10 ml kloroformmal (4.3.) együtt tegyük be egy rázótolcsérbe és rázzuk meg. A kloroformos réteg elválasztódása után a vizes rétegen még kétszer megismételjük a kivonást 10-10 ml kloroformmal (4.3.). Párologtassuk az összeöntött és leszűrt kloroform kivonatokat majdnem szárazra egy 100 ml-es gömblobikban (5.1.) a rotációs bepárló berendezésben (5.7.). Oldjuk fel a maradékot 2 ml kloroformban (4.3.) és cseppentsünk 10 és 30 µl-t az így kapott oldatból egy szilikagél vékonyréteg lapra (4.23.) az alábbi 6.1.1.1. pontban leírtaknak megfelelően.
- 6.1.2.2. Tegyük 10 és 30 µl-t a standard oldatból (4.15.2.) a lapra és folytassuk a 6.1.1.2.–6.1.1.4 pontokban leírtaknak megfelelően
- 6.2. **Mennyiségi meghatározás**
- 6.2.1. *Folyékony minták*
- 6.2.1.1. Tegyük 5 g mintát egy 100 ml-es gömblobikba. Adjunk hozzá 1 ml kénsav oldatot (4.8.) és párologtassuk a keveréket alacsony nyomáson 50 °C-on majdnem szárazra.

- 6.2.1.2. Oldjuk fel ezt a maradékot 20 ml meleg vízben. Tegyük át egy 100 ml-es közönséges lombikba. Mossuk át három alkalommal 20 ml vízzel. Töltsük fel 100 ml-re vízzel és keverjük össze.
- 6.2.1.3. Pipetázzunk ki 5 ml-t ebből az oldatból egy 50 ml-es választótölcsérbe (5.5.). Adjunk hozzá 10 ml Fehling oldatot (4.16.). Végezzünk kivonást a kapott 8-kinolinol réz-komplekre [oxin réz (ISO)] három alkalommal 8 ml kloroform segítségével (4.3.).
- 6.2.1.4. Szűrjük le és gyűjtsük össze a kloroformos rétegeket egy 25 ml-es közönséges lombikba (5.2.). Töltsük fel a jelig kloroformmal (4.3.) és rázzuk össze. Mérjük meg a sárga oldat optikai sűrűségét kloroformmal szemben 410 nm-en.
- 6.2.2. *Szilárd minták vagy krémek*
- 6.2.2.1. Mérjük be 0,500 g mintát egy 100 ml-es gömblombikba (5.1.). Adjunk hozzá 30 ml benzolt (4.2.) és 20 ml sósavat (4.7.). Forraljuk a lombik tartalmát visszafolyós hűtő alatt, keverés mellett, 30 percig.
- 6.2.2.2. Vigyük át a lombik tartalmát egy 100 ml-es választótölcsérbe (5.5.). Mossuk át 5 ml 1 N HCl (4.7.) segítségével. Vigyük át a vizes fázist egy gömblombikba (5.1.) és mossuk a benzolos fázist 5 ml sósavval (4.7.).
- 6.2.2.3. Olyan emulziók esetében, amelyek meggátolják a további kezelést keverjük össze a minta 0,500 g-ját 2 g Celite 545-tel (4.14.), hogy szabadon szóródó port kapjunk. Vigyük be a keveréket kis adagokban egy üveg kromatográfiás oszlopba (5.12.).
- Minden hozzáadás után nyomkodjuk le az oszlop tartalmát. Amint a keverék teljes mennyisége bekerült az oszlopba, eluáljunk sósavval, olyan módon, hogy 10 perc alatt kb. 10 ml eluált oldatot nyerjünk (szükség esetén ez az elució történhet enyhe nitrogén túlnyomás alatt). Az elució alatt biztosítani kell, hogy az oszlop töltete fölött folyamatosan legyen valamennyi sósav. Az eluált oldat első 10 ml-ét további kezelésnek vetjük alá a 6.2.2.4. pont szerint.
- 6.2.2.4. Párologtassuk az összegyűjtött vizes fázisokat (6.2.2.2.) vagy az eluált oldatot (6.2.2.3.) majdnem szárazra a rotációs bepárló berendezésben, csökkentett nyomáson.
- 6.2.2.5. Oldjuk fel a maradékot 6 ml nátrium-hidroxid oldatban (4.9.). Adjunk hozzá 20 ml Fehling oldatot (4.16.) és vigyük át a lombik tartalmát egy 50 ml-es választótölcsérbe (5.5.). Mossuk át a lombikot 8 ml kloroformmal (4.3.). Rázzuk meg és szűrjük le a kloroformos fázist egy 50 ml-es általános lombikba (5.2.).
- 6.2.2.6. Ismételjük meg a kivonást háromszor 8 ml kloroformmal (4.3.). Szűrjük le a kloroformos fázisokat és gyűjtsük azokat össze az 50 ml-es lombikban. Töltsük fel a jelig kloroformmal (4.3.) és rázzuk meg. Mérjük meg a sárga oldat optikai sűrűségét kloroformmal (4.3.) szemben 410 nm-en.

7. STANDARD GÖRBE

3 ml 30 %-os vizes etanolt (4.20.) tartalmazó négy 100 ml-es gömblombikba (5.1.) pipetázzunk 5, 10, 15 és 20 ml-es részleteket a összehasonlító oldatból (4.15.1.), amely megfelel 5, 10, 15 és 20 mg 8-kinolinolnak. Járjunk el a 6.2.1. pontban leírtak szerint.

8. SZÁMÍTÁS

8.1. *Folyékony minták*

$$\text{8-kinolinol tartalom (tömegszázalékban (m/m))} = \frac{a}{m} \times 100$$

ahol:

a = a 8-kinolinol milligrammjai a standard görbén (7),

m = a vizsgálati minta (6.2.1.1.) tömege (mg-ban kifejezve).

8.2. Szilárd minták vagy krémek

$$\text{8-kinolinol tartalom (tömegszázalékban (m/m))} = \frac{2a}{m} \times 100$$

ahol:

a = a 8-kinolinol milligrammjai a standard görbén (7),

m = a vizsgálati minta (6.2.2.1.) tömege (mg-ban kifejezve).

9. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

Kb. 0,3 %-os 8-kinolinol tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,02 %-ot.

AZ AMMÓNIA MEGHATÁROZÁSA**1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET**

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő szabad ammónia meghatározását írja le.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott ammónia-tartalmát az ammónia tömegszázalékában fejezzük ki.

3. ALAPELV

Bárium-klorid oldatot adunk a kozmetikai termék vizsgálandó részletéhez, amelyet vizes metanolos közegben hígítunk fel. Az esetlegesen képződő összes csapadékot leszűrjük vagy kicentrifugáljuk. Ezzel az eljárással elkerülhető a vízgőzdesztillálás során fellépő ammóniaveszteség egyes ammóniumsók esetében, mint pl. a karbonát és a hidrogén-karbonát, valamint a zsírsavak sói, kivéve az ammónium-acetát.

Az ammóniát vízgőzdesztillálással vonjuk ki a szűrletből vagy a felülúszóból és potenciometriás vagy más titrálással határozzuk meg.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Metanol.**4.2. Bárium-klorid dihidrát, 25 %-os (m/v) oldat.****4.3. Ortobórsav, 4 %-os (m/v) oldat.****4.4. Kénsav, 0,25 M mérőoldat.****4.5. Habzásgátló folyadék.****4.6. Nátrium-hidroxid, 0,5 M mérőoldat.****4.7. Indikátor, szükség esetén: keverjünk össze 5 ml 0,1 % (m/v) etanolos metil-vörös oldatot 2 ml 0,1 % (m/v) vizes metilén-kék oldattal.**

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.2. Centrifuga lezárt 100 ml-es üvegekkel.

5.3. Vízgőzdesztilláló berendezés.

5.4. Potenciométer.

5.5. Üvegelektrod és dihgany-diklorid (kalomel) viszonyító elektrod.

6. ELJÁRÁS

6.1. Mérjük be egy 100 ml-es közönséges lombikba 1 mg-os pontossággal legfeljebb 150 mg ammóniának felelő tömegű (m) mintát.

6.2. Adjunk hozzá 10 ml vizet, 10 ml metanolt (4.1.) és 10 ml bárium-klorid oldatot (4.2.). Töltsük fel 100 ml-re metanollal (4.1.).

6.3. Keverjük össze és tegyük éjszakára hűtőszekrénybe (5 °C).

6.4. Ezután szűrjük le vagy centrifugáljuk 10 percig zárt csövekben a még mindig hideg oldatot úgy, hogy tiszta szűrletet vagy felülúszót kapjunk.

6.5. Pipetázzunk 40 ml-t ebből a tiszta oldatból a vízgőzdesztilláló felszerelésbe (5.3.), tegyünk hozzá 0,5 ml habzástgátló folyadékot (4.5.), ha szükséges.

6.6. Desztilláljuk és gyűjtünk 200 ml desztillátumot egy 250 ml-es főzőpohárba, amely 10 ml kénsavas mérőoldatot (4.4.) és 0,1 ml indikátort (4.7.) tartalmaz.

6.7. Titráljuk vissza a felesleges savat nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.6.).

6.8. MEGJEGYZÉS: Potenciometriás meghatározáshoz gyűjtünk össze 200 ml desztillátumot egy 250 ml-es főzőpohárba, amely 25 ml ortobórsav oldatot (4.3.) tartalmaz és titrálunk kénsavmérővel (4.4.), miközben felvesszük a semlegesítési görbét.

7. SZÁMÍTÁSOK

7.1. Számítás visszatitrálás esetén

Legyen:

 V_1 = a felhasznált nátrium-hidroxid oldat (4.6.) térfogata (milliliterben), T_1 = az aktuális molaritása (4.6.), T_2 = a kénsav oldat (4.4.) aktuális molaritási tényezője,

m = a kivett vizsgálati minta (6.1.) tömege (milligrammban),

ekkor:

$$\text{ammónia\% (m/m)} = \frac{(20 M_2 - V_1 M_1) \times 17 \times 100}{0,4 m} = \frac{(20 M_2 - V_1 M_1) \times 4250}{m}$$

7.2. Számítás közvetlen potenciometriás titrálás esetén

Legyen:

V_2 = a felhasznált kénsav oldat (4.4.) térfogata (milliliterben),

T_2 = az aktuális molaritása (4.4.),

m = a kivett vizsgálati minta (6.1.) tömege (milligrammban),

akkor:

$$\text{ammónia\% (m/m)} = \frac{V_2 \times M_2 \times 17 \times 100}{0,4 m} = \frac{4250 V_2 \times M_2}{m}$$

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

Kb. 6 %-os ammónia tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,6 %-ot.

A NITRO-METÁN AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA**1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET**

Ez a módszer legfeljebb kb. 0,3 % nitro-metán tartalom esetén alkalmas az azonosításra és a meghatározásra, olyan kozmetikai termékek esetében, amelyek aeroszolos flakonba vannak csomagolva.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott nitro-metán tartalmát a nitro-metán tömegszázalékában fejezzük ki az aeroszolos flakon teljes tartalmához képest.

3. ALAPELV

A nitro-metánt színreakcióval azonosítjuk. A nitro-metánt gázkromatográfiával határozzuk meg belső mérőoldat hozzáadása után.

4. AZONOSÍTÁS**4.1. Reagensek**

Minden vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1.1. Nátrium-hidroxid, 0,5 M oldat.**4.1.2. Folin reagens**

Oldjunk fel 0,1 g nátrium-3,4-dihidro-3,4-dioxonaftalin-1-szulfonátot vízben, és hígítsuk fel 100 ml-re.

4.2. Eljárás

A minta 1ml-éhez adjunk 10 ml 4.1.1 és 1 ml 4.1.2. pontban szereplő anyagot. Lila elszíneződés jelzi a nitro-metán jelenlétét.

5. MEGHATÁROZÁS**5.1. Reagensek**

Minden vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

5.1.1. Kloroform (belső standard 1).

5.1.2. 2,4-dimetil-heptán (belső standard 2).

5.1.3. Etanol, 95 %.

5.1.4. Nitro-metán.

5.1.5. *Kloroform mérőoldat*

Egy mérlegelt 25 ml-es mérőlombikba tegyünk kb. 650 mg kloroformot (5.1.1.). Pontosan mérjük le ismét a lombikot és a tartalmát. Töltsük fel 25 ml-re 95 %-os etanollal (5.1.3.). Mérjük le és számítsuk ki ennek az oldatnak a tömegszázalékos kloroform tartalmát.

5.1.6. *2,4-dimetil-heptán mérőoldat*

Hasonlóan készítjük el, mint a kloroform összehasonlító oldatot, de 270 mg 2,4-dimetil-heptánt (5.1.2.) mérjük be a 25 ml-es mérőlombikba.

5.2. **Eszközök**

5.2.1. Gázkromatográf, lángionizáció mérésére alkalmas detektorral.

5.2.2. Aeroszol minták vételezésére alkalmas eszközök (mintavételi palack, mikrofecskendő, csatlakozó, stb.), amint azt a 1980. december 22-i 80/1335/EGK bizottsági irányelv ⁽¹⁾ mellékletének II. fejezete részletesen leírja.

5.2.3. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.3. **Eljárás**

5.3.1. *A minta előkészítése*

Egy lemért 100 ml-es mintavételi palackba, amelyet a fent említett irányelv II. fejezetének 5.4. pontjában leírt eljárásnak megfelelően gázmentesítettünk vagy kiszívattunk, tegyünk kb. 5 ml-t valamelyik belső standardból (5.1.5. vagy 5.1.6.). Használjunk 10 vagy 20 ml-es üvegfecskendőt, tű nélkül, amely megfelel a csatlakozóelemnek a Bizottság fent említett irányelve II. fejezetének (5) bekezdésében leírt technikának. Ugyanezzel a technikával vigyünk be a palackba kb. 50 g mintát az aeroszolos flakon tartalmából. Mérjük le ismét a tömegét a bevitt minta mennyiségének meghatározásához. Keverjük jól össze.

Fecskendezzünk be 10 µl-t a megadott mikrofecskendő (5.2.2.) alkalmazásával. Végezzünk öt befecskendezést.

5.3.2. *A mérőoldat előkészítése*

Pontosan mérjük be kb. 500 mg nitro-metánt (5.1.4.) és vagy 500 mg kloroformot (5.1.1.) vagy 210 mg 2,4-dimetil-heptánt (5.1.2.) egy 50 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 95 %-os etanollal (5.1.3.). Keverjük jól össze. Tegyünk 5 ml-t ebből az oldatból egy 20 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 95 %-os etanollal (5.1.3.).

Fecskendezzünk be 10 µl-t a megadott mikrofecskendő (5.2.2.) alkalmazásával. Végezzünk öt befecskendezést.

5.3.3. *Gázkromatográfiai körülmények*

5.3.3.1. *Oszlop*

Az oszlop két részből áll, az első didecil-ftalátot tartalmaz Gas Chrom Q tölteten, a második Ucon 50 HB 280 X-et Gas Chrom Q tölteten. Az így elkészített összetett oszlop felbontásának eredménye „R” 1,5 vagy annál jobbnak kell lennie:

⁽¹⁾ HL L 383., 1980.12.31., 27. o.

$$R = 2 \frac{d' (r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

legyen:

r_1 és r_2 = retenció idő (percben),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége (milliméterben),

d' = a papíradagolás sebessége (milliméter/percben).

Példaként a következő két rész a kívánt eredményt hozza:

„A” oszlop

Alapanyag: rozsdamentes acél

Hossz: 1,5 m

Átmérő: 3 mm

Töltet: 20 % didecil-ftalát, Gas Chrom Q-n (100-120 mesh).

„B” oszlop

Alapanyag: rozsdamentes acél

Hossz: 1,5 m

Átmérő: 3 mm

Töltet: 20 % Ucon 50 HB 280X, Gas Chrom Q-n (100–120 szemcseméret).

5.3.3.2. Detektor:

A megfelelő érzékenységi beállítás a lángionizációs detektor elektrométere számára 8×10^{-10} A.

5.3.3.3. Hőmérsékleti körülmények

A következő értékek bizonyultak alkalmasnak:

Befecskendezés: 150 °C,

Detektor: 150 °C,

Oszlop: 50 °C és 80 °C között az egyes oszlopok és eszközök típusától függően.

5.3.3.4. Alkalmas gázellátás

Vivőgáz: nitrogén.

Nyomás: 2,1 bar.

Áramlási sebesség: 40 ml/perc.

Detektor ellátás: a detektor gyártójának meghatározása szerint.

6. SZÁMÍTÁSOK

6.1. **A nitro-metán arányossági tényezőjének kiszámítása az alkalmazott belső standardhoz viszonyítva**

Ha „n” jelenti a nitro-metánt:

legyen:

k_n = a választényezője,

m'_n = a tömege (grammban) a keverékben,

S'_n = a csúcsterülete.

Ha „c” jelenti a belső standardot, a kloroformot vagy a 2,4-dimetil-heptánt:

legyen:

m'_c = a tömege (grammban) a keverékben,

S'_c = a csúcsterülete,

akkor:

$$kr_n = \frac{m'_n}{m'_c} \times \frac{S'_c}{S'_n}$$

(k_n a felszerelés függvénye).

6.2. **A mintában lévő nitro-metán koncentrációja**

Ha „n” jelenti a nitro-metánt:

Legyen:

k_n = a arányossági tényező,

S_n = a csúcsterülete,

Ha „c” jelenti a belső standardot, a kloroformot vagy a 2,4-dimetil-heptánt:

Legyen:

m_c = a tömege (grammban) a keverékben,

S_c = a csúcsterülete,

M = a bevitt aeroszol tömege (grammban),

akkor a nitro-metán%-os (m/m) aránya a mintában:

$$\frac{m_c}{M} \times \frac{k_n \times S_n}{S_c} \times 100$$

7. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

Kb. 0,3 %-os (m/m) nitro-metán tartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,03 %-ot (m/m).

A TIOGLIKOLSAV AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA HAJHULLÁMOSÍTÓ-, HAJKIEGYE- NESÍTŐ- ÉS SZŐRTELENÍTŐ SZEREKBEN

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a tioglikolsav (merkaptó-ecetsav) azonosítását és mennyiségi meghatározását írja le hajhullámosító-, hajkiegyenesítő- és szőrtelenítő szerekben, amelyekben más redukáló szerek is jelen lehetnek.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott tioglikolsav tartalmát a tioglikolsav tömegszázalékában fejezzük ki.

3. ALAPELV

A tioglikolsavat színreakcióval és vékonyréteg kromatográfiával azonosítjuk, és mennyiségét jodometriásan vagy gázkromatográfiával határozzuk meg.

4. AZONOSÍTÁS

4.1. Azonosítás színreakcióval

4.1.1. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1.1.1. Ólom-di(acetát) papír.

4.1.1.2. Sósav oldat (egy térfogat tömény sósav és egy térfogat víz).

4.1.2. Eljárás

4.1.2.1. Tioglikolsav azonosítása az ólom-di(acetáttal) létrejövő színreakció segítségével

Helyezzük a vizsgálati minta egy cseppjét ólom-di(acetát) papírra (4.1.1.1.). Ha élénk sárga szín jelenik meg, akkor valószínű a tioglikolsav jelenléte.

Érzékenység 0,5 %.

4.1.2.2. A szervesetlen szulfidok jellemzése savanyításra keletkező hidrogén-szulfid képződése alapján

Helyezzük a minta néhány milligrammját egy vizsgálati kémcsőbe. Adjunk hozzá 2 ml desztillált vizet és 1 ml sósavat (4.1.1.2.). Hidrogén-szulfid fejlődik, amit jellegzetes szaga alapján észlelni lehet, és fekete ólom-szulfid csapadék válik ki az ólom-di(acetát) papíron (4.1.1.1.).

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

Érzékenység 50 ppm.

- 4.1.2.3. A szulfitek jellemzése savanyításra keletkező kén-dioxid képződése alapján

Járjunk el a 4.1.2.2. pontban leírtak szerint. Forraljuk fel. A fejlődő kén-dioxidot a szaga és a pl. permanganát ionokon megfigyelhető redukáló tulajdonsága alapján észlelni lehet.

4.2. Azonosítás vékonyréteg kromatográfiával

4.2.1. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie, kivéve ha egyéb előírás van feltüntetve.

- 4.2.1.1. Tioglikolsav, legalább 98 %-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.
- 4.2.1.2. 2,2'-ditio-di(ecetsav), legalább 99 %-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.
- 4.2.1.3. Tiolaktánsav, legalább 95 %-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.
- 4.2.1.4. 3-merkaptó-propánsav, legalább 98 %-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.
- 4.2.1.5. 1-tioglicerín, legalább 98 %-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.
- 4.2.1.6. Vékonyréteg lapok, szilikagél, készgyártmány kiszerelésben, 0,25 mm vastag.
- 4.2.1.7. Vékonyréteg lapok, alumínium-oxid, Merck F 254 E vagy ezzel azonos.
- 4.2.1.8. Sósav, tömény $d_4^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$.
- 4.2.1.9. Etil-acetát.
- 4.2.1.10. Kloroform.
- 4.2.1.11. Diizopropil-éter.
- 4.2.1.12. Szén-tetraklorid.
- 4.2.1.13. Jégecet.
- 4.2.1.14. Kálium-jodid, 1 %-os (m/v) vizes oldat.
- 4.2.1.15. Platina-tetraklorid, 0,1 %-os (m/v), vizes oldat.
- 4.2.1.16. Oldószerek
- 4.2.1.16.1. Etil-acetát (4.2.1.9.), kloroform (4.2.1.10.), diizopropil-éter (4.2.1.11.), ecetsav (4.2.1.13.) (20:20:10:10, térfogatarányban).
- 4.2.1.16.2. Kloroform (4.2.1.10.), ecetsav (4.2.1.13.) (90:20, térfogatarányban).
- 4.2.1.17. Detektálószer
- 4.2.1.17.1. Használat előtt közvetlenül keverjük össze egyenlő térfogatokat a (4.2.1.14.) és a (4.2.1.15.) oldatból.
- 4.2.1.17.2. Bróm oldat, 5 % (m/v): Oldjunk fel 5 g brómot 100 ml szén-tetrakloridban (4.2.1.12.).
- 4.2.1.17.3. Fluoreszcein oldat, 0,1 % (m/v): Oldjunk fel 100 mg fluoreszceint 100 ml 95 %-os etanolban.
- 4.2.1.17.4. Hexaammónium-heptamolibdát, 10 %-os (m/v), vízben feloldva.
- 4.2.1.18. Összehasonlító oldatok
- 4.2.1.18.1. Tioglikolsav (4.2.1.1.), 0,4 %-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.2. 2,2'-ditio-di(ecet)sav (4.2.1.2.), 0,4 %-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.3. 2-merkaptó-propánsav (4.2.1.3.), 0,4 %-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.4. 3-merkaptó-propánsav (4.2.1.4.), 0,4 %-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.5. 3-merkaptó-1,2-propándiol (4.2.1.5.), 0,4 %-os (m/v) vizes oldata.

4.2.2. *eszközök*

Szokásos laboratóriumi felszerelés vékonyréteg kromatográfiához.

4.2.3. *Eljárás*

4.2.3.1. A vizsgálati minták kezelése

Savasítsuk meg a vizsgálati mintát pH 1-re néhány csepp sósavval (4.2.1.8.) és szűrjük le, ha szükséges.

Egyes esetekben érdemes lehet a mintát felhígítani. Ha így járunk el, a sósavas savasítást a hígítás előtt végezzük el.

4.2.3.2. Kioldás

Helyezzünk a lapra 1 µl mintaoldatot (4.2.3.1.) és egy-egy ml-t mind az öt összehasonlító oldatból (4.2.1.18.). Szárítsuk meg óvatosan gyenge nitrogénáram alatt és oldjuk ki a lapot a 4.2.1.16.1 vagy a 4.2.1.16.2. pontban felsorolt oldattal. Szárítsuk meg a lapokat amilyen gyorsan csak lehet, a tiolok oxidálódásának lehető legkisebbre való csökkentése érdekében.

4.2.3.3. Detektálás

Permetezzük be a lapot a három reagens egyikével (4.2.1.17.1., 4.2.1.17.3. vagy 4.2.1.17.4.). Ha a lapot a (4.2.1.17.3.) reagenssel permetezzük be, akkor kezeljük azt tovább telített brómgőzzel, amíg a foltok láthatóvá nem válnak. A (4.2.1.17.4.) permetező-reagenssel való detektálás csak akkor lehet kielégítő, ha a vékonyréteg szárításának időtartama nem haladta meg a 30 percet.

4.2.3.4. Kiértékelés

Hasonlítsuk össze az R_f értékeket és az összehasonlító oldatok színét a standardokéval. Az alább megadott átlagos R_f értékek csupán támpontként szolgálnak az összehasonlításhoz. Azok a következőktől függenek:

- a vékonyréteg aktiválási állapota a kromatográfia időpontjában,
- a kromatográfias kád hőmérséklete.

Példa a szilikagél vékonyrétegen kapott R_f értékekhez

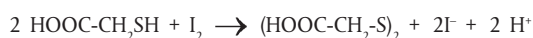
	Oldószer	
	4.2.1.16.1.	4.2.1.16.2.
Tioglikolsav	0,25	0,80
2-merkaptó-propánsav	0,40	0,95
2,2'-ditio-di(ecet)sav	0,00	0,35
3-merkaptó-propánsav	0,45	0,95
3-merkaptó-1,2-propándiol	0,45	0,35

5. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

A meghatározást mindig a jodometriás eljárással kell kezdeni.

5.1. ***Jodometria***5.1.1. *Alapelv*

A meghatározás az „-SH” csoport jódos oxidálásán alapul, savas közegben az alábbi egyenletnek megfelelően:

5.1.2. *Reagensek*

Jódos mérőoldat 0,1N,

Megjegyzés: A tioglikolsav meghatározását frissen kicsomagolt, még nem használt terméken kell elvégezni, hogy az oxidációt megelőzzük.

5.1.3. *Eszközök*

Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.1.4. *Eljárás*

Pontosan mérjük be egy 0,5 és 1 g közötti mennyiséget a mintából egy 150 ml-es dugóval ellátott Erlenmeyer lombikba, amely 50 ml desztillált vizet tartalmaz. Adjunk hozzá 5 ml sósavat (4.1.1.2.) (az oldat pH-ja 0 körül legyen) és titráljuk jóddal 0,1N oldattal (5.1.2.), amíg a sárga szín megjelenik. Alkalmazzunk indikátort (pl. keményítőoldatot vagy szén-tetrakloridot) igény szerint.

5.1.5. *Számítás*

A tioglikolsav tartalmat a következő képlet segítségével lehet kiszámítani:

$$\% (m/m) = \frac{90 \times n \times 100}{1000 \times 10 \times m} = \frac{0,92 \, n}{m}$$

ahol:

m = a kivett vizsgálati minta tömege (grammban),

n = a felhasznált jóddal 0,1 oldat (5.1.2.) térfogata.

5.1.6. *Észrevételek*

Ha a kiszámított eredmény szerint a tioglikolsav töménysége az engedélyezett legnagyobb koncentráció 0,1 %-a vagy ennél kevesebb, akkor nincs értelme további meghatározásokat végrehajtani. Ha az eredmény egyenlő vagy nagyobb mint a megengedett legnagyobb koncentráció, és az azonosítás több redukálószer jelenlétét mutatta ki, akkor szükséges a gázkromatográfiás meghatározás végrehajtása.

5.2. ***Gázkromatográfia***5.2.1. *Alapelv*

A tioglikosavat elválasztjuk a hordozóanyagtól kadmium-di(acetát) oldattal történő kicsapás segítségével. Diazometános metilálás után, amelyet helyben vagy előre készítünk el dietil-éteres oldatban, a tioglikosav metil-származékát gáz/folyadék-kromatográfiával mérjük, metil-oktanoát belső standard alkalmazása mellett.

5.2.2. *Reagensok*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

5.2.2.1. Tioglikosav, 98 %.

5.2.2.2. Sósav, $d_4^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$.

5.2.2.3. Metanol.

5.2.2.4. Kadmium-di(acetát) dihidrát, 10 %-os (m/v) vizes oldata.

5.2.2.5. Metil-oktanoát, 2 %-os (m/v) metanolos oldata.

5.2.2.6. Acetát puffer oldat, 5 pH

Nátrium-acetát trihidrát, 77g.

Jégecet, 27,5g.

Ioncserélt víz egy liter végső térfogat eléréséig.

5.2.2.7. Sósav, 3 M oldat metanolban (5.2.2.3.), frissen készített.

5.2.2.8. N-metil-3-nitro-1-nitrozo-guanidin.

5.2.2.9. Nátrium-hidroxid, 5 M oldat.

5.2.2.10. Jód, 0,05 M standard oldat.

5.2.2.11. Dietil-éter.

5.2.2.12. Diazo-metán oldat N-metil-N-nitrozo-toluol-4-szulfonamidból készítve (Fieser, Reagents for Organic Synthesis, Wiley kiadó, 1967).

A kapott oldat kb. 1,5 g diazo-metánt tartalmaz 100 ml dietil-éterben. Mivel a diazo-metán mérgező és nagyon bomlékony gáz, minden kísérletet hatékony elszívófülke alatt kell végezni és kerülni kell a csiszolatos üvegeszközök alkalmazását (különleges eszközök állnak rendelkezésre ebből a célból).

5.2.3. Eszközök

5.2.3.1. Szokásos laboratóriumi berendezés.

5.2.3.2. Eszközök a diazo-metán előállítására a helyben történő metiláláshoz (lásd Fales, H.M., Jaouni, T.M. and Babashak, J.F., *Analyt. Chem.* 1973, 45, 2302).

5.2.3.3. Eszközök a diazo-metán a Fieser szerinti előzetes elkészítéséhez.

5.2.4. A minta előkészítése

Pontosan mérjük be egy 50 ml-es centrifugacsőbe annyi mennyiségű mintát, hogy várhatóan 50-70 mg tioglikosavat kapjunk. Savasítsuk meg egy pár csepp tömény sósavval (5.2.2.2.), hogy kb. pH 3 oldatot kapjunk.

Adjunk hozzá 5 ml ioncserélt vizet és 10 ml acetát puffer oldatot (5.2.2.6.).

Ellenőrizzük pH papírral, hogy a pH értéke 5 körül legyen. Ezután adjunk hozzá 5 ml kadmium-di(acetát) oldatot (5.2.2.4.).

Várjunk 10 percet, majd centrifugáljuk legalább 15 percig 4 000 g érték mellett. Távolítsuk el a felülúszó folyadékot, amely tartalmazhat oldhatatlan zsírt (krém termékek esetében). Ezt a zsírt nem szabad összetéveszteni a tiolokkal, amelyek tömörítetten gyűlnek össze a cső alján. Ellenőrizzük, hogy nem történik csapadékkiválás, amikor a felülúszóhoz néhány csepp kadmium-di(acetát) oldatot (5.2.2.4.) adunk.

Ha a korábbi meghatározás kimutatta, hogy nincsenek további redukáló anyagok a tiolokon kívül, jodometriásan ellenőrizzük, hogy a felülúszó folyadékban lévő tiolok mennyisége nem haladja-e meg az eredeti mennyiség 6-8 %-át.

Tegyünk 10 ml metanolt (5.2.2.3.) a csapadékot tartalmazó centrifugacsőbe és óvatosan oszlassuk el a csapadékot keverőbaba segítségével. Centrifugáljuk ismét legalább 15 percig 4 000 g mellett. Öntsük el a felülúszót és ellenőrizzük annak tiol-mentességét.

Mossuk a csapadékot még egyszer ugyanezzel az eljárással.

Még mindig ugyanazt a centrifugacsövet használva, adjunk hozzá:

– 2 ml metil-oktanoát oldatot (5.2.2.5.),

– 5 ml metanolos sósavat (5.2.2.7.).

Oldjuk fel teljesen a tiolokat (egy kevés oldhatatlan csapadék megmaradhat a hordozóanyagból). Ez az oldat az „S” oldat.

Ennek az oldatnak egy részletén jodometriásan ellenőrizzük, hogy a tioltartalom legalább 90 %-a annak, amit korábban az 5.1. pontban kaptunk.

5.2.5. Metilálás

A metilálást vagy a folyamat során, helyben (5.2.5.1.) vagy előre elkészített diazo-metánnal (5.2.5.2.) végezzük.

5.2.5.1. Helyben történő metilálás

A metiláló eszközökbe (5.2.3.2.), ami 1 ml étert (5.2.2.11.) tartalmaz tegyünk 50 µl „S” oldatot és metiláljunk az (5.2.3.2.) módszer szerint, kb. 300 mg N-metil-3-nitro-1-nitrozo-guanidin (5.2.2.8.) felhasználásával. 15 perc után (az éteres oldatnak sárga színűnek kell lennie a diazo-metán felesleg jelenléte miatt) tegyük a mintaoldatot egy 2 ml-es üvegcsébe, amelyiknek légmentes dugója van. Tegyük éjszakára hűtőszekrénybe. Metiláljunk két mintát párhuzamosan.

- 5.2.5.2. Metilálás előre elkészített diazo-metán oldattal
Tegyünk egy 5 ml-es, dugóval ellátott lombikba 1 ml diazo-metán oldatot (5.2.2.12.) és 50 µl „S” oldatot. Tegyük éjszakára hűtőszekrénybe.
- 5.2.6. A standard elkészítése
Készítsünk el egy ismert erősségű standard tioglikosav oldatot (5.2.2.1.), ami kb. 60 mg tiszta tioglikosavat (5.2.2.1.) tartalmaz 2 ml-ben.
Ez az „E” oldat.
Csapassunk ki, mérjünk és metiláljunk az 5.2.4. és az 5.2.5. pont szerinti eljárásnak megfelelően.
- 5.2.7. Gázkromatográfiás körülmények
- 5.2.7.1. Oszlop
Típus: rozsdamentes acél
Hossz: 2 m
Átmérő: 3 mm
- 5.2.7.2. Töltet
20 % didecil-ftalát, kromoszorb, WAW 80-100 mesh szemcseméret.
- 5.2.7.3. Detektor
Lángionizációs. Megfelelő érzékenységű beállítás a lángionizációs detektor elektrométere számára a 8×10^{-10} A.
- 5.2.7.4. Gázellátás
Vivőgáz: nitrogén.
nyomás: 2,2 bar.
áramlási sebesség: 35 ml/perc.
Segédgáz: hidrogén.
nyomás: 1,8 bar.
áramlási sebesség: 15 ml/perc.
Detektor ellátás: a detektor gyártójának előírásai szerint.
- 5.2.7.5. Hőmérsékleti körülmények
Befecskendezési hely: 200 °C,
Detektor: 200 °C,
Oszlop: 90 °C.
- 5.2.7.6. A papíradagolás sebessége
5 mm/perc.
- 5.2.7.7. Befecskendezett mennyiség
3 µl. Végezzünk öt befecskendezést.
- 5.2.7.8. A kromatográfia körülményei útmutatás céljából vannak megadva. Ezek lehetővé teszik, hogy az oszlop „R” felbontása 1,5 vagy annál jobbat eredményezzen, ahol:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

legyen:

r_1 és r_2 = retenció idő (percben),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége (milliméterben),

d' = a papíradagolás sebessége (milliméter/percben kifejezve).

Ajánlott, hogy a kromatográfia befejezésekor a hőmérsékletet 10 °C/perc sebességgel 90 °C-ról 150 °C-ra növeljük annak érdekében, hogy a következő méréseket esetlegesen zavaró vegyületeket eltávolítsuk.

5.2.8.. Számítások

5.2.8.1. A arányossági tényező a tioglikosav esetében

Ezt a metil-oktanoátra vonatkoztatva számítjuk ki a standard keverék alapján.

t = tioglikosavat

legyen:

k_t = az arányossági tényezője,

m'_t = a tömege (milligrammban) a keverékben,

S'_t = a csúcsterülete.

c = metil-oktanoát

legyen:

m'_c = a tömege a keverékben (milligrammban),

S'_c = a csúcsterülete,

akkor:

$$k_t = \frac{m'_t}{m'_c} \times \frac{S'_c}{S'_t}$$

Ez a tényező az alkalmazott eszközöktől függően változik.

5.2.8.2. A mintában lévő tioglikosav koncentrációja

t = tioglikosavat:

legyen:

k_t = az arányossági tényezője,

S_t = a csúcsterülete.

c = metil-oktanoátot

legyen:

m_c = „c” tömege a keverékben (milligrammban),

S_c = a csúcsterülete,

M = a kezdeti vizsgálati minta tömege (milligrammban),

akkor:

$$\frac{m_c}{M} \times \frac{k_t \times S_t}{S_c} \times 100$$

6. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

8 %-os (m/m) tioglikosav tartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,8 %-ot (m/m).

A HEXAKLOROFÉN AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

A. AZONOSÍTÁS

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer minden kozmetikai termék esetében alkalmazható.

2. ALAPELV

A mintában lévő hexaklorofént etil-acetáttal kivonjuk és vékonyréteg kromatográfiával azonosítjuk.

3. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Kénsav, 4 M oldat.

3.2. Celite AW.

3.3. Etil-acetát.

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

- 3.4. Oldószer: benzol, ami 1 % (v/v) jégecetet tartalmaz.
- 3.5. I. előhívószer:
- Rhodamine B oldat: oldjunk fel 100 mg Rhodamine B-t 150 ml dietil-éter, 70 ml abszolút etanol és 16 ml víz keverékében.
- 3.6. II. előhívószer:
- 2,6-dibróm-4-(klórimino)-2,5-ciklohexadienon oldat: oldjunk fel 2,6-dibróm-4-(klórimino)-2,5-ciklohexadienont 100ml metanolban (naponta frissen készítsük).
- Nátrium-karbonát oldat: oldjunk fel 10 g nátrium-karbonátot 100 ml ioncserélt vízben.
- 3.7. Összehasonlító oldat:
- Készítsünk hexaklorofén, 0,05 %-os (m/v) etil-acetátos oldatból.
4. ESZKÖZÖK
- 4.1. Kiesel gél 254 TLC lapok, 200x200 mm (vagy ezzel egyenértékű).
- 4.2. Szokásos TLC berendezés.
- 4.3. Hőszabályozós fürdő 26 °C-ra beállítva a kromatográfiás kád számára.
5. A VIZSGÁLATI MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE.
- 5.1. Alaposan keverjük össze 1 g homogenizált mintát 1 Celite AW-vel (3.2.) és 1 ml kénsavval (3.1.).
- 5.2. Szárítsuk 100 °C-on, két órán keresztül.
- 5.3. Hűtsük le és finoman törjük porrá a megszáradt maradékot.
- 5.4. Végezzünk két kivonást, 10 ml etil-acetáttal (3.3.) mindkét alkalommal, centrifugáljuk minden kivonás után és egyesítsük az etil-acetátos rétegeket.
- 5.5. Párologtassuk el 60 °C-on.
- 5.6. Oldjuk fel a maradékot 2 ml etil-acetátban (3.3.).
6. ELJÁRÁS
- 6.1. Tegyük 2 µl-t a vizsgálati mintaoldatból (5.6.) és 2 µl-t az összehasonlító oldatból (3.7.) egy TLC lapra (4.1.).
- 6.2. Telítsük a kádat (4.3.) az oldószerrel (3.4.).
- 6.3. Tegyük a TLC lapot a kádba és eluáljunk 150 mm-ig.
- 6.4. Távolítsuk el a TLC lapot és szárítsuk meg egy szellőztetett kemencében kb. 105 °C-os hőmérsékleten.
- 6.5. **Kimutatás**

A hexaklorofén cseppeket a vékonyrétegen a 6.5.1. vagy 6.5.2.pont szerint lehet kimutatni.

- 6.5.1. Permetezzük az I. előhívószert (3.5.) egyenletesen a lapra. 30 perc után vizsgáljuk meg a lapot UV fény alatt 254 mm-en.
- 6.5.2. Permetezzük a II. előhívószert 2,6-dibrom-4-(klórimino)-2,5-ciklohexadienon oldatát (3.6.) egyenletesen a lapra. Ezután szórjunk a lapra nátrium-karbonát oldatot (3.6.). 10 perc után, napfény mellett, szobahőmérsékleten szárítva vizsgáljuk meg a lapot.

7. AZ EREDMÉNYEK ÉRTELMEZÉSE

7.1. I. előhívószert (3.5.):

A hexaklorofén kékes foltként jelenik meg egy sárga-narancssárga fluoreszcens háttéren, kb. 0,5 Rf értékkel.

7.2. II. előhívószert (3.6.):

A hexaklorofén égszínkék-türkizkék színű foltként jelenik meg fehér háttéren, kb. 0,5 Rf értékkel.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer minden kozmetikai termék esetében alkalmazható.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott hexaklorofén tartalmát a hexaklorofén tömegszázalékában fejezzük ki.

3. ALAPELV

A hexaklorofén mennyiségi meghatározása, metilszármazékká alakítása után gázkromatográfiával történik elektronbefogásos detektor segítségével.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Etil-acetát.

4.2. N-metil-N-nitrozo-p-toluol-szulfonamid (diazald).

4.3. Dietil-éter.

4.4. Metanol.

4.5. 2-(2-etoxi-etoxi)-etanol (karbitol).

4.6. Hangyasav.

4.7. Kálium-hidroxid, 50 %-os (m/m) vizes oldat (naponta frissen készítsük).

- 4.8. Hexán a spektroszkópiához.
- 4.9. Brómklorofén (1. számú standard).
- 4.10. 4,4",6,6"-tetraklór-2,2"-tiodifenol (2. számú standard).
- 4.11. 2,4,4"-triklór-2-hidroxi-difenil-éter (3. számú standard).
- 4.12. Aceton.
- 4.13. 4 M kénsav.
- 4.14. Celite AW.
- 4.15. Hangyasav etil-acetátos, 10 %-os (v/v) oldata.
- 4.16. Hexaklorofén.
5. ESZKÖZÖK
- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Diazo-metán készítésére alkalmas mini eszközök (Analyt. Chem., 1973, 45, 2302-3.).
- 5.3. Gázkromatográf, 63 Ni forrásból származó elektronbefogásos detektorral felszerelve.

6. ELJÁRÁS

6.1. *A hitelesítő oldat előkészítése*

A standardot úgy kell kiválasztani, hogy az ne zavarja a vizsgálati termék hordozóanyagában lévő egyik összetevőt se. Általában az 1. számú standard (4.9.) a legalkalmasabb.

- 6.1.1. Pontosan mérjük be kb. 50 mg-ot az 1. (4.9.), a 2. (4.10.) vagy a 3. (4.11.) számú standardból és 50 mg hexaklorofént (4.16.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig etil-acetáttal (4.1.) (A oldat). Hígítsuk fel az A oldat 10 ml-ét 100 ml-re etil-acetáttal (4.1.) (B oldat).
- 6.1.2. Pontosan mérjük be kb. 50 mg-ot az 1. (4.9.), a 2. (4.10.) vagy a 3. (4.11.) számú standardból egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig etil-acetáttal (4.1.) (C oldat).

6.2. *A minta előkészítése* ⁽¹⁾

Pontosan mérjük be 1 g-ot a homogenizált mintából és keverjük alaposan össze 1 ml kénsavval (4.13.), 15 ml acetonnal (4.12.) és 8 g Celite AW-vel (4.14.). Szárítsuk a keveréket levegőn 30 percig gőzfürdőre téve, azután szárítsuk másfél órán keresztül szellőztetett kemencében. Hűtsük le, finoman törjük porrá a maradékot és tegyük át egy üveg oszlopba. Oldjuk etil-acetáttal (4.1.) és gyűjtsünk össze 100 ml-t. Adjunk hozzá 2 ml belső standardot (C oldat) (6.1.2.).

⁽¹⁾ A terméktípusok széles skálája miatt, amelyekben hexaklorofén lehet jelen, fontos, hogy ezzel az eljárással először ellenőrizzük a hexaklorofén kinyerhetőségét a mintából, az eredmények felvétele előtt. Ha a kinyerhetőség alacsony, akkor változtatásokat kell bevezetni, mint pl. az oldószer kicserélése (benzol az etil-acetát helyett) stb., az érintett felek egyetértésével.

6.3. **A minta metilálása**

Hűtsük az összes reagenst és a készüléket 0 és 4 °C között két órán keresztül. A diazo-metán készülék külső rekeszébe tegyünk 1,2 ml-t a 6.2. pont szerint kapott oldatból, és 0,1 ml metanolt (4.4.). Tegyünk kb. 200 mg diazaldot (4.2.) a középső tárolóba, adjunk hozzá 1 ml karbitolt (4.5.) és 1 ml dietil-étert (4.3.), és oldjuk fel. Szereljük össze a készüléket majd félig eresszük egy 0 °C-os fürdőbe és fecskendő segítségével tegyünk 1 ml lehűtött kálium-hidroxid oldatot (4.7.) a középső tárolóba. A diazo-metán hatására sárga szín képződik, ami megmarad. Ha a sárga szín nem marad meg, ismételjük meg a metilálást további 200 mg diazald (4.2.) hozzáadásával⁽¹⁾.

A készüléket vegyük ki a fürdőből 15 perc után, és szobahőmérsékleten hagyjuk lezárva 12 órára. Ezt követően nyissuk ki a készüléket, reagáltassuk el a diazo-metán felesleget néhány csepp 10 %-os (v/v) etil-acetátos hangyasav oldattal (4.15.) és tegyük át a szerves oldatot egy 25 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig hexánnal (4.8.).

Fecskendezzünk be 1,5 µl-t ebből az oldatból a kromatográfbba.

6.4. **A standard metilálása**

Hűtsük az összes reagenst és a készüléket 0 és 4 °C között két órán keresztül. A diazo-metán készülék külső rekeszébe tegyük a következőket:

0,2 ml B oldat (6.1.1.),
1 ml etil-acetát (4.1.),
0,1 ml metanol (4.4.).

Hajtsuk végre a metilálást a 6.3. szerint. Fecskendezzünk be 1,5 µl-t a létrejött oldatból a kromatográfbba.

7. **GÁZKROMATOGRÁFIA**

Az oszlop felbontásával „R” 1,5 vagy annál nagyobb kell, hogy legyen, ahol:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

legyen:

r_1 és r_2 = retenció idők (percben),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége (milliméterben),

d' = a papíradagoló-sebesség (milliméter/percben kifejezve).

Példaként a következő kromatográfiás körülmények a kívánt eredményt adják:

Oszlop: rozsdamentes acél

Hossz: 1,7 m

Átmérő: 3 mm

Hordozó:

kromoszorb: WAW

szitaanalízis: 80-100 mesh.

Álló fázis: 10 % OV 17.

Hőmérsékletek:

oszlop: 280 °C,

befecskendezési: 280 °C,

detektor: 280 °C.

Vivőgáz: oxigénmentes nitrogén.

Nyomás: 2,3 bar.

Aramlási sebesség: 30 ml/perc.

⁽¹⁾ Ennek a sárga elszíneződésnek a fennmaradása jelzi a diazo-metán felesleg jelenlétét, ami szükséges a minta teljes metilálásának biztosításához.

8. SZÁMÍTÁS

8.1. *A hexaklorofén arányossági tényezője*

Ezt a választott standardhoz viszonyítva számíthatjuk ki a standard keverékre vonatkoztatva:

Legyen:

h = a hexaklorofén,

k_h = az arányossági tényezője,

m'_h = a tömege a keverékben (grammban),

A'_h = a csúcsterülete,

s = a választott standard,

m'_s = a tömege a keverékben (grammban),

A'_s = a csúcsterülete,

akkor:

$$k_h = \frac{m'_h}{m'_s} \times \frac{A'_s}{A'_h}$$

8.2. *A mintában lévő hexaklorofén koncentrációja*

Legyen:

h = a hexaklorofén,

k_h = az arányossági tényezője,

A_n = a csúcsterülete,

s = a választott standard,

m_s = a tömege a keverékben (grammban),

A_c = a csúcsterülete,

M = a felhasznált vizsgálati minta tömege (grammban),

akkor a hexaklorofén %-os (m/m) aránya a mintában:

$$\frac{m_s \times k_h \times A_n \times 100}{M \times A_s}$$

9. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

0,1 %-os (m/m) nitro-metán tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,005 %-ot (m/m).

A TOZIL-KÓRAMID-NÁTRIUM (INN) (KLÓRAMIN-T) MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a tozil-kóramid-nátrium (klóramin-T) vékonyréteg kromatográfiás mennyiségi meghatározását írja le kozmetikai termékekben.

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott klóramin-T tartalmát tömegszázalékban (m/m) fejezzük ki.

3. ALAPELV

A klóramin-T-t sósavas forralással teljesen elhidrolizáljuk 4-toluol-szulfonamiddá.

A képződött 4-toluol-szulfonamidot mennyiségét foto-denzitometriásan vékonyréteg kromatográfiával határozzuk meg.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Tozil-kóramid-nátrium (klóramin-T).

4.2. 4-toluol-szulfonamid standard oldata: 50 mg 4-toluol-szulfonamid 100 ml etanolban (4.5.).

4.3. Sósav, 37 %-os (m/m), $d_4^{20} = 1,18 \text{ g/ml}$.

4.4. Dietil-éter.

4.5. Etanol, 96 % (v/v).

4.6. **Előhívó oldat.**

4.6.1. 1-butanol/etanol (4.5.)/víz (40: 4: 9; v/v/v), vagy

4.6.2. Kloroform/aceton (6:4; v/v).

4.7. Előkészített vékonyréteg lapok, szilikagél 60, fluoreszcens indikátor nélkül.

4.8. Kálium-permanganát.

4.9. Sósav, 15 % (m/m).

4.10. Permetező-reagens: 2-toluidin, 1 %-os (m/v) etanolos (4.5.) oldat.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.2. Szokásos vékonyréteg kromatográfiás berendezés.

5.3. Foto-denzitométer.

6. ELJÁRÁS

6.1. **Hidrolízis**

6.1.1. Pontosan mérjük be egy 50 ml-es gömblombikba kb. 1g mintát (m). Adjunk hozzá 5 ml vizet és 5 ml sósavat (4.3.) majd forraljuk egy órán keresztül, visszafolyós hűtő alkalmazásával. A forró szuszpenziót azonnal tegyük át vízzel egy 50 ml-es mérőlombikba. Hagyjuk lehűlni és töltsük fel a jelig vízzel. Centrifugáljuk legalább 3 000-es fordulatszámon (rpm) öt percig majd eresszük át a felülúszó folyadékot egy szűrőn.

6.2. **Kivonás**

6.2.1. Vegyünk ki 30 ml-t a szűrletből és végezzünk három kivonást 15 ml dietil-éterrel (4.4.). Szükség esetén szárítsuk meg az éteres fázisokat majd gyűjtsük össze egy 50 ml-es mérőlombikba. és töltsük fel a jelig dietil-éterrel (4.4.).

6.2.2. Vegyünk ki 25 ml-t a szárított éteres kivonatból és nitrogénáramban párologtassuk szárazra. Oldjuk fel újra a maradékot 1 ml etanolban (4.5.).

6.3. **Vékonyréteg kromatográfia**

6.3.1. Cseppentsünk 20 µl-t az etanolos maradékból (6.2.) egy vékonyréteg kromatográfiás lapra (4.7.).

Ugyanekkor és ugyanilyen módon, tegyünk 8, 12, 16 és 20 µl-t a 4-toluol-szulfonamid standard oldatból a lapra.

6.3.2. Ezután hagyjuk kifejlődni kb. 150 mm-re a előhívó oldószerben (4.6.1. vagy 4.6.2.).

6.3.3. Az előhívó oldószer teljes elpárologtatása után tegyük a lapot 2-3 percre klórgáz atmoszférába, amelyet 100 ml sósav (4.9.) kb. 2 g kálium-permanganátra (4.8.) öntésével egy zárt edényben hozunk létre. Távolítsuk el a klórfelesleget, a lap öt percen keresztül 100 °C-os hevítésével. Ezután permetezzük be a lapot a (4.10.) reagenssel.

6.4. **Mérés**

Nagyjából egy óra után mérjük meg a lila foltokat a foto-denzitométerrel 525 nm-en.

6.5. **A standard görbék felrajzolása**

Ábrázoljuk a legnagyobb csúcscértékeket, amelyeket a 4-toluol-szulfonamid cseppek (azaz 4, 6, 8, 10 µg cseppenként) esetében állapítottunk meg a 4-toluol-szulfonamid megfelelő mennyiségeivel szemben.

7. MEGJEGYZÉS

A módszert 0,1 vagy 0,2 %-os (m/v) klóramin-T oldat (4.1.) alkalmazásával lehet ellenőrizni, amit a mintával (6.) azonos módon kezelünk.

8. SZÁMÍTÁS

A minta klóramin-T tartalmát tömegszázalékban kifejezve a következő módon lehet kiszámítani:

$$\% \text{ (m/m) tozil-kóramid-nátrium} = \frac{1,33 \times a}{60 \times m}$$

ahol:

$1,33 = a$ 4-toluol-szulfonamid/klóramin-T átszámítási tényező,

a = a 4-toluol-szulfonamid mennyisége (μg -ban) a mintában a standard görbe leolvasása alapján,

m = a kivett minta tömege (grammban).

9. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

Kb. 0,2 %-os (m/m) klóramin-T tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,03 %-ot (m/m).

A FLUOR MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA FOGKRÉMEKBEN

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a fogkrémekben található teljes fluor tartalom mennyiségi meghatározására készült. A módszer legfeljebb 0,25 % fluortartalom esetén alkalmazható.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott fluortartalmát tömegszázalékban fejezzük ki.

3. ALAPELV

A meghatározást gázkromatográfiával végezzük. A fluortartalmú vegyületekből származó fluort savas közegben, klór-trietil-szilánnal (TECS) való közvetlen reakcióval trietil-fluor-szilánná (TEFS) alakítjuk át, és egyidejűleg xilolt tartalmazó ciklohexánnal, mint belső standarddal vonjunk ki.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Nátrium-fluorid, 120 °C-on tömegállandóságig szárított.

4.2. Kétszer desztillált vagy azzal megegyező minőségű víz.

4.3. Sósav, $d_4^{20} = 1,19\text{g/ml}$.

4.4. Ciklohexán (CH).

4.5. Xilol, amelynek nincs a kromatogramban az oldószercsúcs előtt csúcsa, ha a mintáéval (6.1.) azonos körülmények között kromatografálják. Szükség esetén desztillációval tisztítsuk (5.8.).

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

- 4.6. Klór-trietil-szilán (TECS Merck vagy azzal megegyező).
- 4.7. **Fluor standard oldatok**
- 4.7.1. Törzsoldat, 0,25 mg F/ml. Mérjük be pontosan 138,1 mg nátrium-fluoridot (4.1.) és oldjuk fel vízben (4.2.). Veszteség nélkül vigyük át az oldatot egy 250 ml-es mérőlombikba (5.5.). Hígítsuk fel a jelig vízzel (4.2.) és keverjük össze.
- 4.7.2. Hígított törzsoldat, 0,05 mg F/ml. Vigyük át pipettával 20 ml-t a törzsoldatból (4.7.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba (5.5.). Hígítsuk fel a jelig vízzel és keverjük össze.
- 4.8. **Belső standard oldat**
- Keverjük össze 1 ml ciklohexánt (4.4.) és 5 ml xilolt (4.5.).
- 4.9. **Klór-trietil-szilán/belső standard oldat**
- Vigyük át pipettával (5.7.) 0,6 ml-t a TECS-ből (4.6.) és 0,12 ml-t a belső standard oldatból (4.8.) egy 10 ml-es mérőlombikba. Hígítsuk fel a jelig xilollal (4.5.) és keverjük össze. Naponta frissen készítsük.
- 4.10. Perklórsav, 70 % (m/v).
- 4.11. Perklórsav, 20 % (m/v), vízben (4.2.).
5. **ESZKÖZÖK**
- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Gázkromatográf, láng-ionizáció mérésére alkalmas detektorral felszerelve.
- 5.3. Vortex forgó keverő vagy azzal egyenértékű.
- 5.4. Bühler kémcsőrázó, SMB₁ típusú vagy azzal egyenértékű.
- 5.5. Mérőlombikok, 100 és 250 ml-es, polipropilénből készített.
- 5.6. Centrifugacsövek (üveg); 20 ml-es teflonnal bélelt csavaros kupakkal, Sovirel 611-56-os típus vagy azzal megegyező. Tisztítsuk meg a csöveket és a csavaros kupakokat néhány órás perklórsavas (4.11.) áztatással, amelyet öt, egymást követő vizes (4.2.) öblítés, és végül 100 °C-os szárítás követ.
- 5.7. Pipetták, amelyek 50-200 µl térfogatra beállíthatók, egyszer használatos műanyag pipettaheggyel.
- 5.8. Desztillációs berendezés, három golyós Schneider oszloppal vagy egy annak megegyező Vigreux oszloppal felszerelve.

6. ELJÁRÁS**6.1. Minta elemzés**

- 6.1.1. Válasszunk ki egy bontatlan fogkrémes tubust, nyissuk fel és távolítsuk el a teljes tartalmat. Tegyük ezt bele egy műanyag tartályba, keverjük össze alaposan és tároljuk olyan körülmények között, hogy az állagát megőrizze.
- 6.1.2. Mérjünk be pontosan 150 mg (m) mintát egy centrifugacsőbe (5.6.), adjunk hozzá 5 ml vizet (4.2.) és homogenizáljuk (5.3.).
- 6.1.3. Adjunk hozzá 1 ml xilolt (4.5.).
- 6.1.4. Adjunk hozzá cseppenként 5 ml sósavat (4.3.) és homogenizáljuk (5.3.).
- 6.1.5. Adjunk hozzá pipettával 0,5 ml klór-trietil-szilán/belső standard oldatot (4.9.) a centrifugacsőben (5.6.).
- 6.1.6. Zárjuk le a csövet csavaros kupakkal (5.6.) és keverjük alaposan 45 percen keresztül egy kémcsőrázógéppben (5.4.), amelyet percenkénti 150-es ütemre állítottunk.
- 6.1.7. Centrifugáljuk 10 percet olyan sebességen, hogy a fázisok tisztán elváljanak egymástól, vegyük le a cső tetejét, nyerjük ki a szerves réteget és fecskendezzünk be a szerves fázisból 3 µl-t a gázkromatográfiás oszlopba (5.2.).

Megjegyzés:

Kb. 20 percet vesz igénybe az összes összetevő kioldása.

- 6.1.8. Ismételjük meg a befecskendezést, számítsuk ki az átlagos csúcsterület-arányt (A_{TEFS}/A_{CH}) és olvassuk le az ehhez tartozó fluormennyiséget (milligrammban (m_g)) a standard görbéről (6.3.).
- 6.1.9. Számítsuk ki a minta összes fluortartalmát a fluor tömegszázalékában a 7. pontban megadott módon.

6.2.. Kromatográfiás körülmények

- 6.2.1. Oszlop: rozsdamentes acél.

Hossz: 1,8 mm.

Átmérő: 3 mm.

Hordozó: Gaschrom Q 80-100-as mesh.

Álló fázis: szilikon olaj DC 200 vagy azzal megegyező: 20 %. Kondicionáljuk az oszlopot egy éjszakán keresztül 100 °C-on, a vivőgáz sebesség 25 ml nitrogén percenként. Ezt ismételjük minden éjszaka. Minden negyedik vagy ötödik befecskendezés után újrakondicionáljuk az oszlopot 30 perces 100 °C-os melegítéssel.

Hőmérsékletek:

oszlop: 70 °C

fecskendő: 150 °C

detektor: 250 °C

Vivőgáz: 35ml nitrogén percenként

6.3. Standard görbe

- 6.3.1. Tegyük pipettával egy hat centrifugacsőből (5.6.) álló sorozatba rendre 0, 1, 2, 3, 4 és 5 ml hígított fluorid standard oldatot (4.7.2.). Egészítsük ki minden cső tartalmát 5 ml-re vízzel (4.2.).

- 6.3.2. Járjunk el a 6.1.3.–6.1.6. pont között leírtak alapján, a 6.1.6. pontot is beleértve.
- 6.3.3. Fecskendezzünk be 3 µl-t a szerves fázisból a gázkromatográfiás oszlopba (5.2.).
- 6.3.4. Ismételjük meg a befecskendezést és számítsuk ki az átlagos csúcsterület-arányt ($A_{\text{TEFS}}/A_{\text{CH}}$).
- 6.3.5. Ábrázoljuk a standard görbét a standard oldatokban (6.3.1.) lévő fluor tömegének (milligrammban) és a 6.3.4. szerint mért csúcsterület-aránynak ($A_{\text{TEFS}}/A_{\text{CH}}$) az összefüggésével. Kössük össze az ábra pontjait a regressziós analízis segítségével kapott legjobban illeszkedő egyenessel.

7. SZÁMÍTÁS

A minta összes fluortartalmának koncentrációját (a fluor tömegszázalékában) (% (m/m) F) a következőképpen adhatjuk meg:

$$\% F = \frac{m_1}{m} \times 100 \%$$

ahol:

m = az vizsgálati minta (milligrammban) (6.1.2.),

m_1 = a standard görbéről (6.1.8.) leolvasott a fluor mennyisége (milligrammban)

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

0,15 %-os (m/m) fluortartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,012 %-ot (m/m).

A SZERVES HIGANYVEGYÜLETEK AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az alább leírt módszer azoknak a szerves higanyszármazékok azonosítására és mennyiségi meghatározására alkalmazható, amelyeket a szemén használatos kozmetikai termékben tartósítóként használnak fel. Ez a módszer a tiomersalra (INN) (nátrium-2-(etil-higany-tio)-benzoát) és a fenil-higanyra, valamint ezek sóira alkalmazható.

A. AZONOSÍTÁS

1. ALAPELV

A szerves higanyvegyületeket ditizonáttal komplexáljuk. A ditizonát szén-tetrakloridos kivonása után, szilikagél vékonyréteg kromatográfiát végzünk. A ditizonát foltok narancssárga színnel jelennek meg.

2. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

2.1. Kénsav, 25 % (v/v).

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

- 2.2. 1,5-difenil-3-tiokarbazon (ditizon): 0,8 mg 100 ml szén-tetrakloridban (2.4.).
- 2.3. Nitrogén.
- 2.4. Szén-tetraklorid.
- 2.5. Előhívó oldószer: hexán/acetón, 90:10 (v/v).
- 2.6. Standard oldat, 0,001 %-os, vízben a következőkből:
- nátrium-2-(etil-higany-tio)-benzoát,
- etil-higany-klorid vagy metil-higany-klorid,
- fenil-higany-nitrát vagy fenil-higany-acetát,
- higany-diklorid vagy higany-di(acetát).
- 2.7. Készgyártmány szilikagél lapok (pl. Merck 5721 vagy azzal egyenértékű).
- 2.8. Nátrium-klorid.
3. ESZKÖZÖK
- 3.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 3.2. Szokásos TLC berendezés.
- 3.3. Fázis-elválasztó szűrő.
4. ELJÁRÁS
- 4.1. **Kivonás**
- 4.1.1. Hígítsunk fel 1 g mintát egy centrifugacsőben 20 ml desztillált vízzel titrálva. Ériük el a legnagyobb diszpergálódást egy 60 °C-ra fel melegített vízfürdőben. Adjunk hozzá 4 g nátrium-kloridot (2.8.). Rázzuk meg. Hagyjuk lehűlni.
- 4.1.2. Centrifugáljuk legalább 20 percig 4 500 fordulat/percen, a szilárd fázis nagy részének a leválasztása céljából. Szűrjük bele egy választótölcsérbe és adjunk hozzá 0,25 ml kénsav oldatot (2.1.).
- 4.1.3. Végezzünk néhány kivonást 2 vagy 3 ml ditizon oldattal (2.2.), amíg az utolsó szerves fázis zöld marad.
- 4.1.4. Szűrjük le az összes szerves fázist egymás után egy fázis-elválasztó szűrőn (3.3.) keresztül.
- 4.1.5. Párolgassuk szárazra nitrogénáram alatt (2.3.).
- 4.1.6. Oldjuk fel 0,5 ml szén-tetrakloriddal (2.4.). Alkalmazzuk ezt az oldatot azonnal, a 4.2.1. pontban leírtaknak megfelelően.

4.2. Elválasztás és azonosítás

- 4.2.1. Tegyük 50 µl-t a 4.1.6. szerint kapott szén-tetrakloridos oldatból a szilikagél lapra (2.7.). Ezzel párhuzamosan kezeljük 10 ml standard oldatot is (2.6.) a 4.1. pont szerint és tegyük 50 µl-t a 4.1.6. szerint kapott oldatból ugyanarra a lapra.
- 4.2.2. Tegyük a lapot az oldószerbe (2.5.) és hagyjuk, hogy ez utóbbi 150 mm magasra emelkedjen. A szerves higanyvegyületek színes folt formájában jelennek meg, amelyek színe állandó, feltéve, hogy a lapot közvetlenül az oldószer elpárolgása után üveglappal lefedtük.

Példaként, a következő R_f értékeket lehet kapni:

	R _f	Szín
Thiomersal	0,33	Narancs
Etil-higany-klorid	0,29	Narancs
Metil-higany-klorid	0,29	Narancs
Fenil-higany és sói	0,21	Narancs
Higany-diklorid	0,10	Narancs
Higany-di(acetát)	0,10	Narancs
1,5-difenil-3-tiokarbazon	0,09	Rózsaszín

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

Az ezzel a módszerrel meghatározott szerves higanyvegyület tartalmát a mintában lévő higany tömegszázalékában (m/m) fejezzük ki.

2. ALAPELV

A módszer a jelen lévő teljes higany mennyiség mérésén alapszik. Ezért szükséges, hogy először megbizonyosodjunk arról, hogy nincs jelen szervetlen higany és arról, hogy azonosítottuk a mintában lévő szerves higany származékokat. Ásványosítás után a higanyt felszabadítjuk és lángmentes atomabszorpcióval mérjük.

3. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Tömény salétromsav, $d_4^{20} = 1,41 \text{ g/ml}$.
- 3.2. Tömény kénsav, $d_4^{20} = 1,84 \text{ g/ml}$.
- 3.3. Újra-desztillált víz.
- 3.4. Kálium-permanganát, 7 %-os (m/v) oldat.
- 3.5. Hidroxil-ammónium-klorid, 1,5 %-os (m/v) oldat.
- 3.6. Dikálium-peroxi-diszulfát, 5 %-os (m/v) oldat.

3.7. Ón-diklorid, 10 %-os (m/v) oldat.

3.8. Tömény sósav, $d_4^{20} = 1,18 \text{ g/ml}$.

3.9. Palládium-dikloriddal impregnált üvegyapot, 1 % (m/m).

4. ESZKÖZÖK

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

4.2. Berendezés a higany lángmentes atomabszorpciós meghatározására (hideg gőz technika), beleértve a szükséges üvegeszközöket. A mérőcella úthossza legalább 100 mm legyen.

5. ELJÁRÁS

Tartsunk be minden szükséges óvintézkedést a higanynyomok elemzéséhez.

5.1. **Lebontás**

5.1.1. Pontosán mérjünk be 150 mg mintát (m). Adjunk hozzá 10 ml salétromsavat (3.1.) és hagyjuk a feltáródást előrehaladni három órán keresztül 55 °C-os vízfürdőben, egy légmentesen lezárt lombikban, rendszeres időközönként rázzuk meg. Ezzel egy időben hajtunk végre vakpróbát.

5.1.2. Lehűlés után adjunk hozzá 10 ml kénsavat (3.2.) és tegyük vissza az 55 °C-os vízfürdőbe 30 percre.

5.1.3. Tegyük a lombikot jégfürdőbe és óvatosan adjunk hozzá 20 ml vizet (3.3.).

5.1.4. 2 ml-es adagokban adjunk hozzá 7 %-os kálium-permanganát oldatot (3.4.), amíg az oldat színe megmarad. Tegyük vissza az 55 °C-os vízfürdőbe további 15 percre.

5.1.5. Adjunk hozzá 4 ml dikálium-peroxi-diszulfát oldatot (3.6.). Tegyük vissza ismét az 55 °C-os vízfürdőbe további 30 percre.

5.1.6. Hagyjuk lehűlni és vigyük át a lombik tartalmát egy 100 ml-es közönséges lombikba. Öblítsük át a lombikot 5 ml hidroxil-ammónium-kloriddal (3.5.) és azután öblítsük még ki 4-szer 10 ml vízzel (3.3.). Az oldatnak teljesen színtelenné kell válnia. Töltsük fel a jelig vízzel (3.3.).

5.2. **Mennyiségi meghatározás**

5.2.1. Tegyük a vizsgálati oldatból (5.1.6.) az üvegedénybe (4.2.) 10 ml-t a hideg higanygőz meghatározásához. Hígítsuk fel 100 ml vízzel (3.3.) és ezután adjunk hozzá 5 ml kénsavat (3.2.), illetve 5 ml ón-diklorid oldatot (3.7.). Keverjük össze minden hozzáadás után. Várjunk 30 másodpercet, hogy az összes ionos higany fém állapotúvá redukálódhasson és olvassuk le (n). Legyen n a leolvasott érték.

5.2.2. Tegyük egy kevés palládium-dikloriddal impregnált üvegyapotot (3.9.) a higanyredukáló edény és a mérőcella (4.2.) közé. Ismételjük meg az 5.2.1. eljárást és jegyezzük fel a leolvasott értéket. Ha a leolvasott érték nem nulla, akkor az ásványosítás nem volt teljes, és az elemzést meg kell ismételni.

6. SZÁMÍTÁS

Legyen:

m = a vizsgálati minta tömege (grammban),

n = a készülékről leolvasott higany mennyisége (µg-ban).

A higany mennyiségét a higany tömegszázalékában kifejezve a következő képlet segítségével számíthatjuk ki:

$$\% \text{ higany} = \frac{n}{m}$$

7. MEGJEGYZÉSEK

7.1. Az ásványosítás javításához szükséges lehet előzetesen hígított mintából kiindulni.

7.2. Ha feltételezhető, hogy az alapanyag higanyt abszorbeál, akkor a standard hozzáadások módszerével kell a mennyiségi meghatározást elvégezni.

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

0,007 %-os higany tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,00035 %-ot.

AZ ALKÁLI ÉS ALKÁLIFÖLD-SZULFIDOK MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő szulfidok mennyiségi meghatározását írja le. Tiolok vagy más redukáló szerek (beleértve a szulfitokat) jelenléte nem zavaró.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

Az ezzel a módszerrel meghatározott szulfidtartalmat a kén tömegszázalékban fejezzük ki.

3. ALAPELV

A közeg savasítása után a hidrogén-szulfidot nitrogénáramban elvezetjük és kadmium-szulfid formájában megkötjük. Az utóbbit leszűrjük és átöblítjük, majd jodometriásan mérjük.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.

- 4.1. Tömény sósav, $d_4^{20} = 1,19\text{g/ml}$.
- 4.2. Nátrium-tioszulfát, 0,1 N standard oldat.
- 4.3. Jód, 0,1 N standard oldat.
- 4.4. Dinátrium-szulfid.
- 4.5. Kadmium-di(acetát).
- 4.6. Tömény ammónia, $d_4^{20} = 0,90\text{g/ml}$.
- 4.7. Kadmium-di(acetát) ammóniás oldata: oldjunk fel 10 g kadmium-di(acetátot) (4.5.) kb. 50 ml vízben. Adjunk hozzá ammóniát (4.6.) amíg a csapadék újra feloldódik (azaz kb. 20 ml-t). Töltsük fel a 100 ml-es jelig vízzel.
- 4.8. Nitrogén.
- 4.9. M ammónia oldat.
5. ESZKÖZÖK
- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Három 100 ml-es a szabványnak megfelelő csiszolatos gömblombik..
- 5.3. Két 150 ml-es Erlenmeyer lombik csiszolt-üveg nyakkal, amely fel van szerelve egy bemerülő csövet és az elvezetendő gáz oldalsó kivezetésére szánt csövet tartalmazó eszközzel.
- 5.4. Egy hosszú szárú tölcsér.
6. ELJÁRÁS
- 6.1. **A szulfidok elvezetése**
 - 6.1.1. Vegyünk egy bontatlan csomagolású vizsgálati mintát. Pontosan mérjük be a mintából az Erlenmeyer lombikba (5.2.) legfeljebb 30 mg szulfidionnak megfelelő mennyiséget (m) (grammban kifejezve). Adjunk hozzá 60 ml vizet és két csepp habzágátló folyadékot.
 - 6.1.2. Vigyünk át 50 ml oldatot (4.7.) mindkét Erlenmeyer lombikba (5.3.).
 - 6.1.3. Szereljük fel egy csepegtető tölcsért, valamint szereljük fel a bemerülő csövet és a kivezető csövet az Erlenmeyer lombikra (5.2.). Csatlakoztassuk a kivezető csövet a PVC csővel sorba kötött lombikokra (5.3.).

MEGJEGYZÉS: Az elvezető készüléknek meg kell felelnie a következő szivárgásmentességi vizsgálatnak: a vizsgálati körülményeket modellezéséhez helyettesítsük a vizsgálati terméket 10 ml szulfid oldattal (a 4.4.-ből készítve), amely „X mg” szulfidot tartalmaz (jodometriásan meghatározva). Legyen „Y” a szulfid milligrammjainak száma, amelyet ennek a műveletnek a végén kapunk. „X” és az „Y” mennyisége közötti különbség nem haladhatja meg a 3 %-ot.

- 6.1.4. Hajtsunk át 15 percen keresztül nitrogént (4.8.), két buborék/másodperc sebességgel az Erlenmeyer lombikban (5.2.) található levegő kihajtása céljából.
- 6.1.5. Melegítsük fel a Erlenmeyer lombikot 85 ± 5 °C-ra.
- 6.1.6. Állítsuk le a nitrogénáramot (4.8.) és adjunk hozzá cseppenként 40 ml sósavat (4.1.).
- 6.1.7. Indítsuk el ismét a nitrogénáramot (4.8.), amikor már majdnem az összes sav lecsepegett úgy, hogy hagyjunk meg egy kevés folyadékot a hidrogén-szulfid elszívargásának megakadályozása érdekében.
- 6.1.8. Szüntessük meg a melegítést 30 perc után. Hagyjuk a lombikot (5.2.) lehűlni és folytassuk a nitrogén (4.8.) átáramoltatását legalább másfél óráig.
- 6.2. **Titrlás**
- 6.2.1. Szűrjük le a kadmium-szulfidot egy hosszú szárú szűrőn (5.4.).
- 6.2.2. Mossuk át az Erlenmeyer lombikokat (5.3.) először ammónia oldattal (4.9.) és öntsük a szűrőre. Ezután mossuk desztillált vízzel és használjuk fel a vizet a szűrőn maradt csapadék mosására.
- 6.2.3. Fejezzük be a csapadék mosását 100 ml vízzel.
- 6.2.4. Tegyük a szűrőpapírt az első Erlenmeyer lombikba, amelyik a csapadékot tartalmazta. Adjunk hozzá 25 ml (n_1) jóoldatot (4.3.), kb. 20 ml sósavat (4.1.) és 50 ml desztillált vizet.
- 6.2.5. Határozzuk meg a jódfesleget nátrium-tioszulfát oldattal (n_2) (4.2.).

7. SZÁMÍTÁS

A minta szulfidtartalma a kén tömegszázalékában kifejezve a következő képlet segítségével számítható ki:

$$\% \text{ kén} = \frac{32 (n_1 x_1 - n_2 x_2)}{20 m}$$

ahol:

- n_1 = a felhasznált standard jóoldat (4.3.) mennyisége (milliliterben),
 x_1 = ennek az oldatnak a molaritása,
 n_2 = a felhasznált standard nátrium-tioszulfát oldat (4.2.) száma (milliliterben),
 x_2 = ennek az oldatnak a molaritása,
 m = a vizsgálati minta tömege (grammban).

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG ⁽¹⁾

2 %-os (m/m) szulfidtartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,2 %-ot (m/m).

⁽¹⁾ ISO 5725 szabvány szerint.