

PRIMA DIRETTIVA DELLA COMMISSIONE**del 22 dicembre 1980****per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri relative ai metodi di analisi necessari per controllare la composizione dei prodotti cosmetici****(80/1335/CEE)**

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,
visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

vista la direttiva 76/768/CEE del Consiglio, del 27 luglio 1976, concernente il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri relative ai prodotti cosmetici (1), modificata dalla direttiva 79/661/CEE (2), in particolare l'articolo 8, paragrafo 1,

considerando che la direttiva 76/768/CEE prevede l'esecuzione di controlli ufficiali al fine di accertare che siano osservate le condizioni prescritte dalle disposizioni comunitarie per quanto concerne la composizione dei prodotti cosmetici;

considerando che è opportuno stabilire il più rapidamente possibile tutti i metodi di analisi necessari e che la fissazione dei metodi di campionatura, di trattamento dei campioni per laboratorio, d'identificazione e di dosaggio degli idrossidi di sodio e di potassio liberi, d'identificazione e di dosaggio dell'acido ossalico e dei suoi sali alcalini nei prodotti per la cura dei capelli, di dosaggio del cloroformio nei dentifrici e dello zinco, d'identificazione e di dosaggio dell'acido fenolsolfonico, costituisce una prima tappa;

considerando che le misure previste nella presente direttiva sono conformi al parere del comitato per l'adeguamento al progresso tecnico della direttiva 76/768/CEE,

HA ADOTTATO LA PRESENTE DIRETTIVA:

Articolo 1

Gli Stati membri adottano le misure necessarie affinché nei controlli ufficiali dei prodotti cosmetici

— la campionatura,

- il trattamento dei campioni per laboratorio,
- l'identificazione e il dosaggio degli idrossidi di sodio e di potassio liberi,
- l'identificazione e il dosaggio dell'acido ossalico e dei suoi sali alcalini nei prodotti per la cura dei capelli,
- il dosaggio del cloroformio nei dentifrici,
- il dosaggio dello zinco,
- l'identificazione e il dosaggio dell'acido fenolsolfonico,

siano effettuati secondo i metodi descritti nell'allegato.

Articolo 2

Gli Stati membri mettono in vigore le disposizioni legislative, regolamentari ed amministrative necessarie per conformarsi alla presente direttiva entro e non oltre il 31 dicembre 1982. Essi ne informano immediatamente la Commissione.

Articolo 3

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

Fatto a Bruxelles, il 22 dicembre 1980.

Per la Commissione

Richard BURKE

Membro della Commissione

(1) GU n. L 262 del 27. 9. 1976, pag. 169.

(2) GU n. L 192 del 31. 7. 1978, pag. 35.

ALLEGATO**I. LA CAMPIONATURA DEI PRODOTTI COSMETICI****1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE**

La presente norma stabilisce le modalità per la campionatura dei prodotti cosmetici, ai fini dell'analisi di tali prodotti nei diversi laboratori.

2. DEFINIZIONI**2.1. *Prelievo elementare:***

una unità di vendita al pubblico prelevata.

2.2. *Campione totale:*

l'insieme di tutti i prelievi elementari, recanti lo stesso numero di lotto di fabbricazione.

2.3. *Campione per laboratorio:*

aliquota rappresentativa del campione totale destinata al singolo laboratorio di analisi.

2.4. *Quantitativo per l'analisi:*

aliquota rappresentativa del campione per laboratorio necessaria per un'analisi.

2.5. *Contenitore:*

l'oggetto che contiene il prodotto e che si trova in costante diretto contatto con lo stesso.

3. PRELIEVO DEI CAMPIONI

3.1. I prodotti cosmetici sono prelevati nella loro confezione di origine e inviati tali e quali ai laboratori di analisi.

3.2. Per i prodotti cosmetici, messi in commercio allo stato sfuso o rivenduti al dettaglio in un contenitore diverso da quello originale saranno stabilite norme speciali.

3.3. Le norme analitiche e il numero di analisi da effettuare dai singoli laboratori determinano il numero dei prelievi elementari necessari per costituire il campione per laboratorio.

4. IDENTIFICAZIONE DEI CAMPIONI

4.1. I campioni prelevati saranno sigillati sul luogo stesso del prelievo e identificati secondo le norme in vigore nello Stato membro in cui è stato effettuato il prelievo.

4.2. Su ogni prelievo elementare dovranno figurare almeno i seguenti dati:

- nome del prodotto cosmetico,
- data, ora e luogo del prelievo,
- nome della persona incaricata del prelievo,
- nome dell'autorità che dispone l'esame.

4.3. Verrà redatto il verbale di prelevamento dei campioni, secondo le norme vigenti nello Stato membro in cui è avvenuto il prelievo.

5. CONSERVAZIONE DEI CAMPIONI

5.1. I prelievi elementari devono essere conservati alle condizioni indicate dal fabbricante sull'etichetta.

5.2. In mancanza di indicazioni specifiche, tutti i campioni per laboratorio dovranno essere conservati ad una temperatura compresa tra 10° C e 25° C e al riparo dalla luce.

5.3. I prelievi elementari devono essere aperti soltanto all'inizio dell'analisi.

II. TRATTAMENTO DEI CAMPIONI PER LABORATORIO**1. GENERALITÀ**

1.1. La determinazione analitica viene attuata su ciascun prelievo elementare o — qualora il quantitativo di questo sia troppo esiguo — sul minor numero possibile di prelievi elementari accuratamente mescolati tra di loro.

- 1.2. Da ciascun contenitore, aperto sotto gas inerte quando richiesto dal relativo metodo di analisi, devono prelevarsi il più rapidamente possibile i quantitativi per le analisi necessari e queste ultime devono essere effettuate nel termine più breve. Se il campione deve essere conservato, richiudere con cura il contenitore previa addizione di un gas inerte.
 - 1.3. I cosmetici possono presentarsi in tre stati: liquido, pastoso, solido; può accadere che prodotti cosmetici condizionati alla partenza sotto forma omogenea presentino in seguito varie fasi corrispondenti agli stati suindicati; in tal caso occorre effettuare l'omogenizzazione.
 - 1.4. Qualora un prodotto cosmetico sia confezionato in una forma speciale, e quindi non possa essere trattato conformemente alle presenti disposizioni, e qualora i relativi metodi di analisi non prevedano nulla di specifico, si può seguire un procedimento particolare, purché sia riportato per iscritto nel verbale d'analisi.
2. **PRODOTTI LIQUIDI**
 - 2.1. In questo stato si ritrovano in particolare prodotti come:
acque da toeletta, lozioni, soluzioni, oli, latti che possono essere confezionati in flaconi, bottiglie, fiale, tubi.
 - 2.2. **Prelievo del quantitativo per analisi:**
 - agitare vigorosamente il recipiente prima dell'apertura,
 - stappare,
 - versare qualche ml del liquido in una provetta per un esame visivo delle sue caratteristiche in vista del successivo prelevamento,
 - richiudere il recipiente,
 - prelevare il quantitativo occorrente per l'analisi.
3. **PRODOTTI PASTOSI**
 - 3.1. In questo stato si ritrovano in particolare prodotti come:
paste, creme, emulsioni, gel che possono essere confezionati in tubi, flaconi a parete elastica, vasetti.
 - 3.2. **Prelievo del quantitativo per analisi:**
possono presentarsi due casi:
 - 3.2.1. Recipienti ad imboccatura stretta (tubo, flacone a parete elastica). Eliminare almeno il primo centimetro del prodotto da analizzare.
Prelevare il quantitativo per analisi e richiudere subito il recipiente.
 - 3.2.2. Recipiente ad imboccatura larga (vasetto). Raschiare lievemente la superficie per eliminare lo strato superiore. Prelevare quindi il quantitativo per analisi e richiudere immediatamente il recipiente.
4. **PRODOTTI SOLIDI**
 - 4.1. In questo stato si ritrovano in particolare prodotti come:
polveri, polveri compatte, bastoncini che possono essere confezionati in scatole o astucci.
 - 4.2. **Prelievo del quantitativo per analisi:**
Possono presentarsi due casi:
 - 4.2.1. Polvere. Agitare la polvere, se possibile, vigorosamente prima di stappare o aprire.
Aprire e prelevare il quantitativo per analisi.
 - 4.2.2. Polvere compatta o bastoncino. Eliminare, raschiando leggermente, lo strato superficiale del corpo solido e prelevare quindi il quantitativo per analisi.
5. **PRODOTTI CONFEZIONATI SOTTO PRESSIONE DI GAS**
 - 5.1. Questi prodotti sono definiti dall'articolo 2 della direttiva 75/324/CEE del Consiglio del 20 maggio 1975⁽¹⁾.
 - 5.2. **Prelievo del quantitativo per l'analisi**
Dopo essere stata vigorosamente agitata una aliquota rappresentativa del contenuto è trasferita in un flacone di vetro plastificato trasparente, provvisto di una valvola aerosol, per mezzo di un elemento di trasferimento. Tale flacone non contiene tubo di ascensione. Con questo trasferimento il contenuto è reso visibile. Possono presentarsi quattro casi:

(1) GU n. L 147 del 9. 6. 1975, pag. 40.

- 5.2.1. Il contenuto è una soluzione omogenea. Esso è quindi pronto per ulteriori analisi.
- 5.2.2. Il contenuto è composto di due fasi liquide. L'analisi di ciascuna fase può essere effettuata dopo aver travasato la fase inferiore in un secondo flacone. Tale fase è spesso acquosa e non contiene più propellente (caso butano/acqua). In questo caso, nel corso del trasferimento, il collo del flacone dovrà essere orientato verso il basso.
- 5.2.3. Il contenuto è costituito da una polvere in sospensione. Dopo aver eliminato la polvere si può procedere all'analisi della fase liquida.
- 5.2.4. Creme e schiuma. Introdurre preventivamente nel flacone di trasferimento una quantità di 2-metossienolo (circa 5—10 g). Al momento della degassazione questa sostanza impedisce la formazione della schiuma e consente di separare i propellenti senza perdita di liquido.

5.3. Accessori

L'elemento di trasferimento P 1 (vedi figura 1) è realizzato in duralluminio o in ottone. Grazie ai suoi terminali maschi, può adattarsi a differenti sistemi di valvole tramite un raccordo in polietilene. Esso è descritto a titolo di esempio. Altri elementi di trasferimento possono essere impiegati (vedi figure 2 e 3).

Il flacone di trasferimento (vedi figura 4) è di vetro bianco rivestito esteriormente di strato protettivo plastificato trasparente. Ha una capacità da 50 a 100 ml. È munito di valvola priva del tubo di ascensione.

5.4. Procedimento

Per trasferire un quantitativo sufficiente di prodotto è necessario eliminare l'aria dal flacone di trasferimento. A tale scopo introdurre, mediante l'elemento di trasferimento, circa 10 ml di diclorodifluorometano o di butano (a seconda della natura dell'aerosol da esaminare). Successivamente degassare totalmente, fino alla scomparsa della fase liquida, tenendo il flacone con la valvola rivolta verso l'alto. Staccare l'elemento di trasferimento e tarare il flacone di trasferimento (a grammi). Agitare vigorosamente il contenitore dal quale si preleverà il campione.

Sistemare l'elemento di trasferimento sulla valvola del contenitore sotto pressione (la valvola rivolta verso l'alto), sistemare il flacone di trasferimento (con il collo verso il basso) sull'elemento di trasferimento e fare pressione.

Riempire il flacone di trasferimento all'incirca per 2/3. Qualora l'operazione di travaso si interrompa anzitempo, a causa dell'equilibrio delle pressioni, è possibile continuare l'operazione raffreddando il flacone di trasferimento.

Staccare l'elemento di trasferimento e determinare il peso del flacone; il peso del prodotto travasato è $m_1 = b - a$. Il prelievo così ottenuto può utilizzarsi:

1. per le consuete analisi chimiche,
2. per un'analisi gascromatografica delle sostanze volatili.

5.4.1. Analisi chimica

Mantenendo il flacone di trasferimento con il collo rivolto verso l'alto si eseguono le seguenti operazioni:

- degassare. Qualora la degassazione provochi schiuma, utilizzare un flacone di trasferimento in cui, mediante una siringa, sia stato introdotto, attraverso l'elemento di trasferimento P 1, una quantità di 2-metossietanolo (circa 5—10 g) esattamente pesata;
- completare l'eliminazione quantitativa delle sostanze volatili agitando in un bagno termostato a 40° C e staccare l'elemento di trasferimento;
- pesare, in grammi, il flacone con il residuo (c) per determinare la massa del residuo stesso (m_2) ($m_2 = c - a$)
(se necessario, per il calcolo della massa del residuo tenere conto della quantità di metossietanolo introdotta);
- aprire il flacone di trasferimento rimuovendo la valvola;
- sciogliere quantitativamente il residuo in un volume noto di solvente appropriato;
- effettuare su una parte il dosaggio voluto.

Formule per il calcolo:

$$R = \frac{r \cdot m_2}{m_1} \quad \text{e} \quad Q = \frac{R \cdot P}{100}$$

in cui

m_1 = massa del prodotto trasferito nel flacone di trasferimento,

m_2 = massa del residuo, dopo riscaldamento a 40° C,

r = percentuale della sostanza dosata in m_2 (determinata secondo un metodo adeguato),

R = percentuale della sostanza dosata nella totalità del prodotto,

Q = quantità assoluta totale della sostanza dosata nella totalità del prodotto,

P = massa netto del prodotto totale così come confezionato e prima dell'inizio delle manipolazioni.

5.4.2. *Analisi gascromatografica delle sostanze volatili*

5.4.2.1. Principio

Dal flacone di trasferimento si preleva un campione di quantità opportuna mediante la siringa da gas.

Il contenuto della siringa viene poi iniettato nel gascromatografo.

5.4.2.2. Accessori

Siringa da gas (figura 5) «precision Sampling» serie A2 (o siringa equivalente). Dalla parte dell'ago questa siringa è dotata di una valvola scorrevole. Il raccordo siringa-flacone di trasferimento è ottenuto mediante l'elemento di trasferimento dalla parte del flacone e mediante un tubo di polietilene (lunghezza 8 mm, diametro 2,5 mm) dalla parte della siringa.

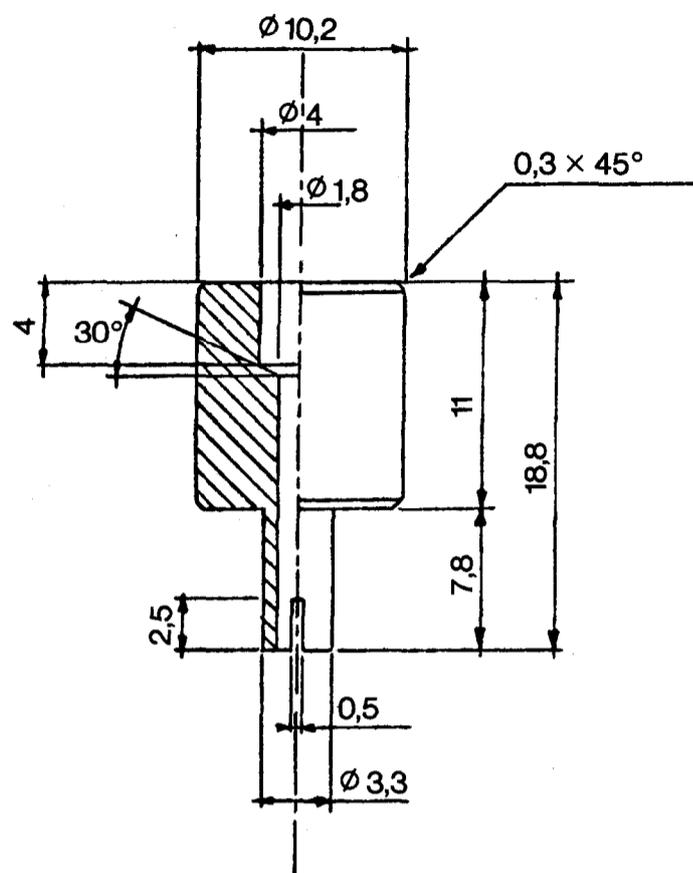
5.4.2.3. Procedimento

Dopo aver trasferito una quantità appropriata di prodotto nel flacone di trasferimento mediante l'elemento di trasferimento adattare la siringa al flacone di trasferimento come indicato al 5.4.2.2. Con la valvola di gas aperta aspirare una quantità appropriata di liquido. Eliminare le bollicine di gas facendo scorrere in su e in giù il pistone (se necessario raffreddare la siringa). Quando la siringa conterrà il liquido privo di bolle di gas, chiudere la valvola e staccare la siringa dal flacone di trasferimento.

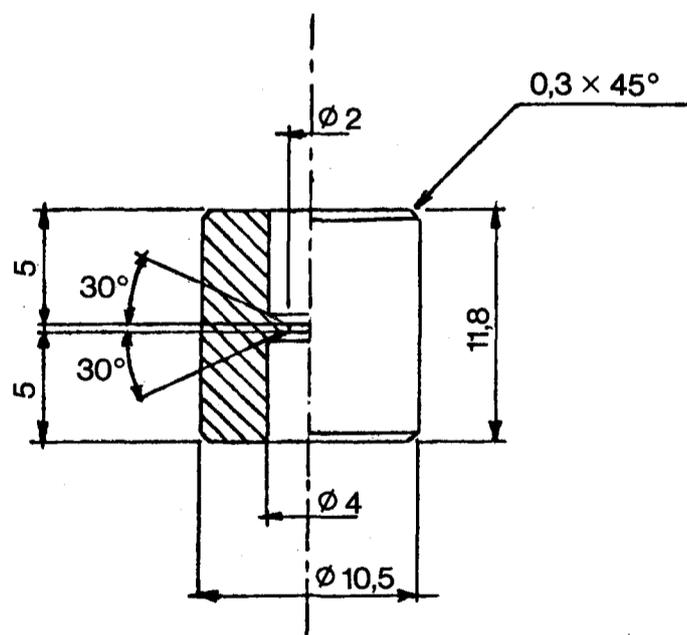
Applicare alla siringa un ago, introdurre quest'ultimo nell'iniettore del gascromatografo, aprire la valvola e iniettare.

5.4.2.4. Standard interno

Se è necessario utilizzare uno standard interno, questo può essere introdotto nel flacone di trasferimento mediante l'elemento di trasferimento.

*Figura 2***Manicotto M₂**

Raccordo per una valvola maschio e per una valvola femmina

*Figura 3***Manicotto M₁**

Raccordo per 2 valvole maschio

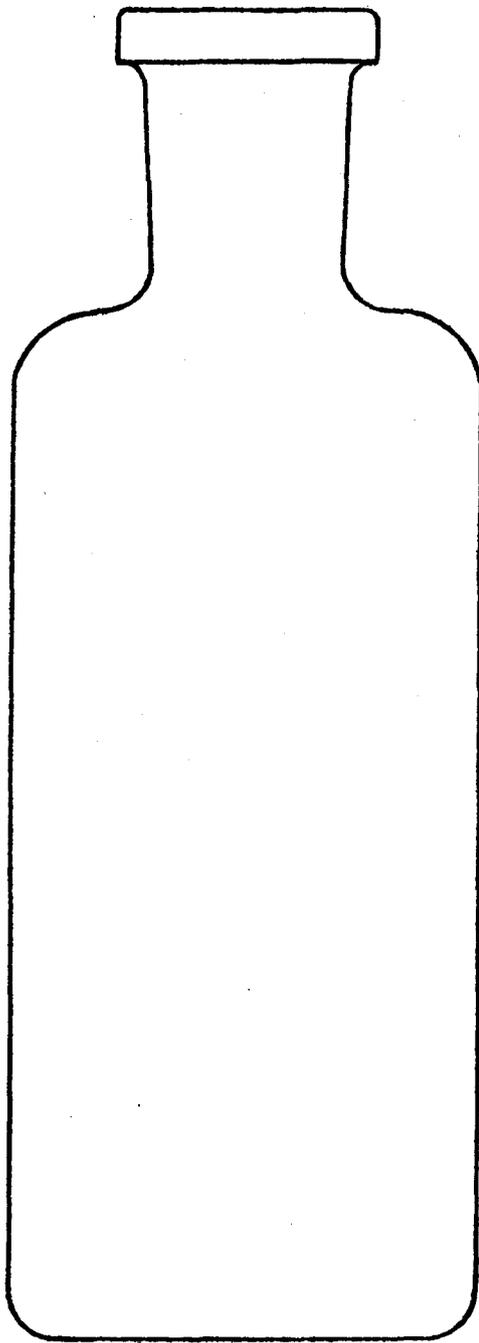


Figura 4

Flacone di trasferimento
Capacità da 50 a 100 ml

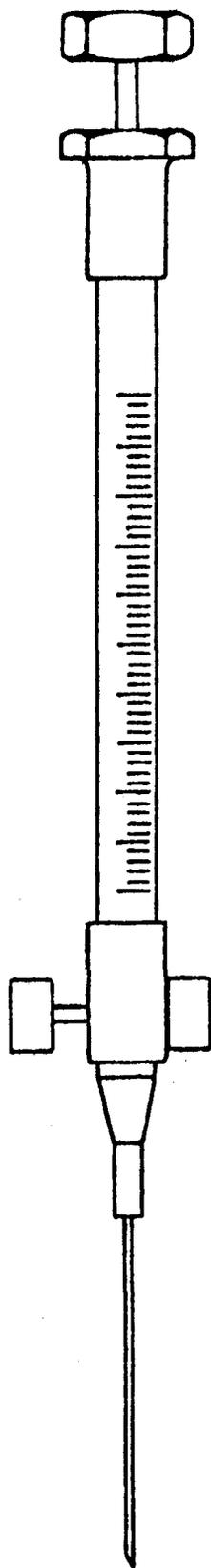


Figura 5
Siringa da gas

III. IDENTIFICAZIONE E DOSAGGIO DEGLI IDROSSIDI DI SODIO E DI POTASSIO LIBERI

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo serve per l'individuazione dei prodotti cosmetici contenenti quantità significative di idrossidi di sodio e/o di potassio liberi e per determinare tali sostanze nei prodotti per stirare i capelli e nei solventi della cuticola delle unghie.

2. DEFINIZIONE

L'idrossido di sodio o di potassio libero viene definito dal volume di acido a normalità nota necessario per neutralizzare il prodotto in condizioni determinate; la quantità risultante viene espressa come idrossido di sodio libero.

3. PRINCIPIO

Il campione viene dissolto o disperso in acqua e titolato con acido a normalità nota. La variazione del valore del pH viene determinata contemporaneamente all'aggiunta di acido: per una semplice soluzione di idrossidi di sodio o di potassio il punto finale è indicato da una netta variazione del valore del pH registrato.

Una interferenza nella curva standard di titolazione può essere dovuta alla presenza di:

- a) idrossido di ammonio o altre basi organiche deboli, aventi esse stesse una curva di titolazione piuttosto piatta. L'ammoniaca viene eliminata in questo caso con evaporazione a pressione ridotta ma a temperatura ambiente;
- b) sali di acidi deboli, che possono produrre una curva di titolazione con numerosi punti di flesso. In questi casi soltanto la prima parte della curva, sino al primo punto di flesso corrisponde alla neutralizzazione degli ioni idrossile provenienti dall'idrossido di sodio o di potassio libero.

Esiste un procedimento alternativo per la titolazione nell'alcool, nei casi in cui risulti un'interferenza eccessiva di sali di acidi inorganici deboli.

Pur essendo in teoria possibile la presenza di altre basi forti solubili, ad esempio idrossido di litio, idrossido di ammonio quaternario, che causano un elevato pH, è assai improbabile riscontrare queste sostanze in tali tipi di preparati cosmetici.

4. IDENTIFICAZIONE

4.1. Reattivi

- 4.1.1. Soluzione tampone standard alcalina ca pH 9,18 a 25° C: soluzione 0,05 M di sodio tetraborato decaidrato

4.2. Apparecchiatura

- 4.2.1. Normale vetreria di laboratorio
4.2.2. pH metro
4.2.3. Elettrodo di vetro
4.2.4. Elettrodo di riferimento al calomelano

4.3. Procedimento

Tarare l'apparecchio di misura utilizzando la soluzione tampone standard (4.1.1).

Preparare una soluzione o una dispersione al 10 % del prodotto da analizzare, in acqua, e filtrare. Misurare il pH; se il pH è uguale o superiore a 12 è necessario effettuare il dosaggio.

5. DOSAGGIO

5.1. Titolazione in mezzo acquoso

5.1.1. Reattivi

- 5.1.1.1. Soluzione titolata 0,1 N di acido cloridrico

5.1.2. Apparecchiatura

- 5.1.2.1. Normale vetreria di laboratorio
5.1.2.2. pH metro, preferibilmente con registratore
5.1.2.3. Elettrodo di vetro
5.1.2.4. Elettrodo di riferimento al calomelano

5.1.3. *Procedimento*

Pesare con esattezza in un becher di 150 ml un campione di 0,5—1 g. In presenza di ammoniaca, aggiungere alcune sfere di vetro, porre il becher in un essiccatore a vuoto, fare il vuoto con una pompa a caduta d'acqua sino a quando non sia più percepibile l'odore di ammoniaca (circa 3 ore).

Disciogliere o disperdere il residuo in 100 ml di acqua. Titolare con la soluzione 0,1 N di acido cloridrico (5.1.1.1), registrando le variazioni di pH (5.1.2.2).

5.1.4. *Calcolo*

Determinare i punti di flesso della curva di titolazione. Se il primo punto di flesso si riscontra ad un pH inferiore a 7 il campione è privo di idrossido di sodio o di potassio.

Se la curva presenta 2 o più punti di flesso, solo il primo va preso in considerazione.

Annotare il volume della soluzione titolante corrispondente a questo primo punto di flesso:

Siano V il volume della soluzione titolante, in ml

M il peso del campione in grammi. La concentrazione di idrossido di sodio e/o di potassio nel campione, espresso come % m/m di idrossido di sodio è calcolata con formula

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

Può accadere che pur risultando presente una quantità significativa di idrossidi di sodio c/o di potassio, la curva di titolazione non indichi un punto distinto di flesso. In tal caso la determinazione va ripetuta utilizzando il seguente procedimento di titolazione in isopropanolo.

5.2. **Titolazione in isopropanolo**5.2.1. *Reattivi*

5.2.1.1. Isopropanolo

5.2.1.2. Soluzione acquosa titolata 1,0 N di acido cloridrico

5.2.1.3. Soluzione 0,1 N di acido cloridrico in isopropanolo, preparata al momento dell'impiego diluendo la soluzione acquosa 1,0 N di acido cloridrico con isopropanolo.

5.2.2. *Apparecchiatura*

5.2.2.1. Vetreria di laboratorio

5.2.2.2. pH metro, preferibilmente con registratore

5.2.2.3. Elettrodo di vetro

5.2.2.4. Elettrodo di riferimento al calomelano

5.2.3. *Procedimento*

Pesare con esattezza in un becher di 150 ml un campione di 0,5—1,0 g.

In presenza di ammoniaca aggiungere alcune sfere di vetro, porre il becher in un essiccatore a vuoto, fare il vuoto utilizzando una pompa a caduta di acqua (circa 3 ore).

Disciogliere o disperdere il residuo in 100 ml di isopropanolo. Titolare la soluzione con 0,1 N di acido cloridrico in isopropanolo (5.2.1.3), registrando le variazioni di pH apparente (5.2.2.2).

5.2.4. *Calcoli*

Come al punto 5.1.4 il punto di flesso si riscontra per un pH apparente dell'ordine di 9.

5.3. **Ripetibilità ⁽¹⁾**

Per un contenuto dell'ordine del 5 % la differenza tra i risultati di due dosaggi paralleli effettuati su un medesimo campione non deve superare lo 0,25 %.

(¹) Secondo la norma ISO/DIS 5725.

IV. IDENTIFICAZIONE E DOSAGGIO DELL'ACIDO OSSALICO E DEI SUOI SALI ALCALINI NEI PRODOTTI PER LA CURA DEI CAPELLI

1. *Scopo e campo di applicazione*

Il metodo qui di seguito descritto serve all'identificazione ed al dosaggio dell'acido ossalico e dei suoi sali alcalini in prodotti destinati alla cura dei capelli.

Esso può essere utilizzato in soluzioni e lozioni incolore acquose o idroalcoliche, che contengono il 5% circa di acido ossalico o una equivalente quantità di ossalato alcalino.

2. *Definizione*

Il contenuto del campione in acido ossalico e/o dei suoi sali alcalini determinato secondo questo metodo è espresso in % di peso di acido ossalico.

3. *Principio*

Dopo aver eliminato i tensioattivi anionici eventualmente presenti per mezzo di cloridrato di p-toluidina, si fa precipitare l'acido ossalico e/o gli ossalati sotto forma di ossalato di calcio e quindi si filtra la soluzione. Il precipitato viene poi sciolto nell'acido solforico e viene titolato con permanganato di potassio.

4. *Reattivi*

Tutti i reattivi devono essere di purezza analitica.

- 4.1. Soluzione di acetato di ammonio al 5% (m/m)
- 4.2. Soluzione di cloruro di calcio al 10% (m/m)
- 4.3. Etanolo al 95% (v/v)
- 4.4. Tetracloruro di carbonio
- 4.5. Etere dietilico
- 4.6. Soluzione di cloridrato di p-toluidina al 6,8% (m/m)
- 4.7. Soluzione di permanganato di potassio 0,1 N
- 4.8. Acido solforico al 20% (m/m)
- 4.9. Acido cloridrico al 10% (m/m)
- 4.10. Acetato di sodio
- 4.11. Acido acetico glaciale
- 4.12. Acido solforico 1:1
- 4.13. Soluzione satura di idrossido di bario

5. *Apparecchiature*

- 5.1. Imbuti separatori da 500 ml
- 5.2. Bicchieri di vetro da 50 e da 600 ml
- 5.3. Crogioli filtranti in vetro G-4
- 5.4. Cilindri graduati da 25 e da 100 ml
- 5.5. Pipette da 10 ml
- 5.6. Bottiglie da aspirazione sotto vuoto da 500 ml
- 5.7. Pompa a caduta d'acqua
- 5.8. Termometro graduato da 0 a 100° C
- 5.9. Agitatore magnetico riscaldante
- 5.10. Barre magnetiche rivestite di teflon
- 5.11. Buretta da 25 ml
- 5.12. Bottiglie coniche da 250 ml

6. *Procedimento*

- 6.1. Pesare da 6 a 7 g del campione in un bicchiere di vetro da 50 ml, regolare su pH3 con acido cloridrico diluito (4.9), e poi trasferire la soluzione, con l'aiuto di 100 ml di acqua distillata, in un imbuto separatore. Aggiungere quindi 25 ml di etanolo (4.3), 25 ml di soluzione di cloridrato di p-toluidina (4.6) e da 25 a 30 ml di tetracloruro di carbonio (4.4) e agitare vigorosamente la miscela.
- 6.2. Dopo la separazione delle fasi, rimuovere lo strato inferiore (fase organica), ripetere l'estrazione con i reattivi utilizzati in 6.1 e allontanare di nuovo la fase organica.
- 6.3. Trasferire la soluzione acquosa in un bicchiere di vetro da 600 ml ed eliminare il tetracloruro di carbonio residuo portando la soluzione al punto di ebollizione.
- 6.4. Aggiungere 50 ml di soluzione di acetato di ammonio (4.1), portare la soluzione al punto di ebollizione (5.9) e precipitare la soluzione bollente aggiungendo 10 ml di soluzione calda di cloruro di calcio (4.2) agitando.

- 6.5. Verificare che la precipitazione sia completa aggiungendo alcune gocce di soluzione di cloruro di calcio (4.2), lasciare raffreddare alla temperatura ambiente, aggiungere agitando (5.10) 200 ml di etanolo (4.3) e lasciare riposare per 30 minuti.
- 6.6. Filtrare il liquido in un crogiolo da filtrazione in vetro (5.3), versare anche il precipitato nel crogiolo da filtrazione aiutandosi con un poco di acqua calda (50—60° C) e lavare il precipitato con acqua fredda.
- 6.7. Lavare il precipitato ancora 5 volte con un po' di etanolo (4.3) e di etere dietilico (4.5), poi sciogliere il precipitato in 50 ml di acido solforico caldo (4.8) aspirando con il crogiolo di filtrazione.
- 6.8. Versare quantitativamente la soluzione in una beuta (5.12) e titolare con permanganato di potassio (4.7) fino a colorazione rosa pallido.

7. *Calcolo*

Il contenuto del campione espresso come acido ossalico m% di peso è calcolato mediante la formula:

$$\% \text{ di acido ossalico} = \frac{A \times 4,50179 \times 100}{E \times 1000}$$

in cui:

A = consumo di permanganato di potassio 0,1 N (vedi 6.8),

E = quantità in grammi del campione utilizzata (vedi 6.1),

4,50179 = coefficiente di conversione per l'acido ossalico.

8. *Ripetibilità* ⁽¹⁾

Per un contenuto in acido ossalico dell'ordine del 5 % (m/m) la differenza tra i risultati di due dosaggi paralleli effettuati su un medesimo campione non deve superare lo 0,15%.

9. *Identificazione*

9.1. **Principio**

L'acido ossalico e/o gli ossalati vengono precipitati come ossalato di calcio e sciolti nell'acido solforico. Si aggiunge poi un po' di soluzione di permanganato di potassio; quest'ultimo si decolora con formazione di anidride carbonica. Facendo passare questa anidride carbonica in una soluzione di idrossido di bario si provoca un intorbidamento dovuto alla formazione di un precipitato bianco di carbonato di bario.

9.2. **Procedimento**

- 9.2.1. Sottoporre una parte del campione da esaminare al trattamento indicato ai punti da 6.1 a 6.3, al fine di eliminare i detergenti eventualmente presenti.
- 9.2.2. A 10 ml circa della soluzione ottenuta in 9.2.1, aggiungere una punta di spatola di acetato di sodio (4.10) e acidificare la soluzione con qualche goccia di acido acetico glaciale (4.11).
- 9.2.3. Aggiungere la soluzione di cloruro di calcio al 10% (4.2) e filtrare.
Sciogliere il precipitato di ossalato di calcio in 2 ml di acido solforico (1:1) (4.12).
- 9.2.4. Versare la soluzione in una provetta e aggiungere goccia a goccia 0,5 ml circa di soluzione di permanganato di potassio 0,1 N (4.7).
In presenza di ossalato, la soluzione si decolora dapprima lentamente e in seguito rapidamente.
- 9.2.5. Subito dopo l'aggiunta del permanganato di potassio, applicare alla provetta un tappo forato provvisto di tubo di sviluppo di dimensioni appropriate, riscaldare il contenuto e raccogliere l'anidride carbonica formata in una soluzione satura di idrossido di bario (4.13). Il formarsi, dopo 3—5 minuti, di una nube latteia di carbonato di bario indica la presenza di acido ossalico.

(1) Secondo la norma ISO/DIS 5725.

V. DOSAGGIO DEL CLOROFORMIO NEI DENTIFRICI

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo descrive il dosaggio per gascromatografia del cloroformio nei dentifrici. Il metodo è idoneo per determinare un tenore di cloroformio fino al 5 %.

2. DEFINIZIONE

Il cloroformio determinato secondo questo metodo è espresso come percentuale in peso sul prodotto.

3. PRINCIPIO

Si mette il dentifricio in sospensione in una miscela di dimetilformamide e metanolo, aggiungendo una certa quantità di acetonitrile come standard interno. Dopo centrifugazione si esamina una parte della fase liquida per gascromatografia e si calcola il tenore di cloroformio.

4. REATTIVI

Tutti i reattivi devono essere di purezza analitica.

4.1. Porapak Q, o cromosorb 101 o prodotto equivalente a granulometria (80—100 mesh)

4.2. Acetonitrile

4.3. Cloroformio

4.4. Dimetilformamide

4.5. Metanolo

4.6. Soluzione di standard interno:

Pipettare 5 ml di dimetilformamide (4.4) in un matraccino tarato da 50 ml e aggiungere circa 300 mg (M) esattamente pesati di acetonitrile. Portare a segno con dimetilformamide e mescolare.

4.7. Soluzione per determinare il fattore relativo di risposta. Pipettare 5,0 ml di soluzione di standard interno (4.6) in un matraccino tarato da 10 ml e aggiungere circa 300 mg (M₁) di cloroformio (4.3) esattamente pesati. Portare a segno con dimetilformamide e mescolare.

5. APPARECCHIATURE

5.1. Bilancia analitica

5.2. Gascromatografo munito di rivelatore a ionizzazione di fiamma

5.3. Siringa da iniezione da 5 o da 10 microlitri, con graduazione da 0,1 microlitri.

5.4. Pipette tarate da 1,4 e 5 ml

5.5. Matraccini tarati da 10 e 50 ml

5.6. Provette di circa 20 ml con tappo a vite. L'interno del tappo a vite è munito di una placca in materia plastica di cui una faccia è ricoperta di teflon.

5.7. Centrifuga con regolazione continua della velocità di rotazione.

6. PROCEDIMENTO

6.1. Condizioni richieste

6.1.1. Tipo di colonna: vetro
Lunghezza: 150 cm
Diametro interno: 4 mm
Diametro esterno: 6 mm

6.1.2. Riempimento:

Porapak Q o cromosorb 101 o prodotto equivalente a 80 o 100 mesh (4.1)

6.1.3. Rivelatore a ionizzazione di fiamma

Regolare la sua sensibilità in modo che con la iniezione di 3 microlitri della soluzione 4.7 l'altezza del picco dell'acetonitrile copra circa i 3/4 della totalità della scala.

6.1.4. Gas vettore: azoto, flusso 65 ml/minuto

Gas ausiliari: idrogeno

Regolare il flusso del gas al rivelatore a ionizzazione di fiamma in modo che il flusso dell'aria o dell'ossigeno sia da 5 a 10 volte superiore a quello dell'idrogeno.

- 6.1.5. *Temperature:*
 iniettore: 210° C
 rivelatore: 210° C
 colonna: 175° C
- 6.1.6. *Registratore:*
 Scorrimento della carta: circa 100 cm/ora.
- 6.2. **Trattamento del campione**
 Prelevare il campione per l'analisi da un tubo non ancora aperto.
 Eliminare un terzo del contenuto, richiudere il tubo con la vite, mescolare accuratamente e prendere quindi il campione per l'analisi.
- 6.3. **Dosaggio**
- 6.3.1. Pesare con una precisione di 10 mg, 6 o 7 g (M) del dentifricio trattato secondo il punto 6.2 in una provetta con tappo a vite (5.6) e aggiungere alcune sfere di vetro.
- 6.3.2. Pipettare 5,0 ml della soluzione di standard interno (4.6), 4 ml di dimetilformamide (4.4) e 1 ml di metanolo (4.5) nella provetta, chiudere con il tappo a vite e omogenizzare.
- 6.3.3. Agitare per una mezz'ora con un vibratore meccanico e centrifugare la provetta chiusa per 15 minuti ad una velocità tale da ottenere una netta separazione delle fasi.
Osservazione: Capita talvolta che la fase liquida sia ancora torbida dopo la centrifugazione. Si può migliorarla, aggiungendo da 1 a 2 g di cloruro di sodio nella fase liquida e centrifugando di nuovo.
- 6.3.4. Iniettare 3 ml di questa soluzione (6.3.3) nelle condizioni descritte al punto 6.1. Ripetere questa operazione.
 Nelle condizioni succitate, si possono indicare i seguenti tempi di ritenzione come valori di orientamento:
- | | |
|------------------|------------------|
| Metanolo | circa 1 minuto |
| Acetonitrile | circa 2,5 minuti |
| Cloroformio | circa 6 minuti |
| Dimetilformamide | più di 15 minuti |
- 6.3.5. *Determinazione del fattore di risposta relativo*
 Iniettare 3 ml della soluzione 4.7 per determinare questo fattore.
 Ripetere questa operazione e determinare il fattore di risposta relativo quotidianamente.

7. CALCOLO

7.1. Calcolo della risposta relativa

- 7.1.1. Misurare l'altezza e la larghezza a metà altezza dei picchi dell'acetonitrile e del cloroformio e calcolare la superficie dei due picchi con la formula:
 altezza per larghezza a metà altezza.
- 7.1.2. Determinare la superficie dei picchi dell'acetonitrile e del cloroformio nei cromatogrammi ottenuti in 6.3.5 e calcolare la risposta relativa f_s per mezzo della formula:

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

in cui:

- f_s = fattore di risposta relativo per il cloroformio
 A_s = superficie del picco del cloroformio (6.3.5)
 A_i = superficie del picco dell'acetonitrile (6.3.5)
 M_s = quantità di cloroformio in mg per 10 ml della soluzione utilizzata in 6.3.6
 (= 1/10M)

Calcolare la media dei valori trovati.

7.2. **Calcolo del tenore in cloroformio**

7.2.1. Calcolare nel modo descritto in 7.1.1 la superficie dei picchi del cloroformio e dell'acetonitrile dei cromatogrammi ottenuti in 6.3.4.

7.2.2. Calcolare il tenore in cloroformio del dentifricio per mezzo della formula:

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

in cui:

% X = tenore in cloroformio come percentuale in peso sul dentifricio

A_s = superficie del picco del cloroformio (6.3.4)A_i = superficie del picco dell'acetonitrile (6.3.4)M_{sz} = peso in mg del campione esaminato in 6.3.1 (= 1 000 M)M_i = quantità di acetonitrile in mg per ml della soluzione ottenuta in 6.3.2 (1/10 M)

Calcolare la media dei contenuti trovati ed esprimere il risultato con 1 decimale.

8. **RIPETIBILITÀ⁽¹⁾**

Per un tenore in cloroformio dell'ordine del 3 % la differenza tra i risultati di due dosaggi paralleli effettuati su un medesimo campione non deve superare lo 0,3 %.

VI. DOSAGGIO DELLO ZINCO1. **SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE**

Questo metodo descrive il dosaggio dello zinco presente nei prodotti cosmetici sotto forma di cloruro, solfato, fenosolfonato o sotto forma di miscele di più sali in questione.

2. **DEFINIZIONE**

La quantità di zinco nel campione, determinata per gravimetria del 2-metil-8 ossichinolato di zinco espressa come percentuale in percento di massa di zinco.

3. **PRINCIPIO**

Lo zinco in soluzione è precipitato in ambiente acido sotto forma di 2-metil-8-ossichinolato di zinco. Dopo filtrazioni ed essiccazione, il precipitato viene pesato.

4. **REATTIVI**

Tutti i reattivi devono essere di purezza analitica.

4.1. Ammoniaca concentrata al 25 % (m/m); $d_4^{20} = 0,91$

4.2. Acido acetico glaciale

4.3. Acetato di ammonio

4.4. 2-metil-8-ossichinolina

4.5. Soluzione d'ammoniaca al 6 % (m/v). Versare 240 g di ammoniaca concentrata (4.1) in un matraccio tarato da 1 000 ml, portare a volume con acqua distillata e mescolare.

4.6. Soluzione di acetato d'ammonio 0,2M. Sciogliere 15,4 g di acetato d'ammonio (4,3) con acqua distillata in un matraccio tarato da 1000 ml. Portare a volume con acqua distillata e mescolare.

4.7. Soluzione di 2-metil-8-ossichinolina. Sciogliere 5 g di 2-metil-8-ossichinolina in 12 ml di acido acetico glaciale in un matraccio tarato da 100 ml, portare a segno con acqua distillata e mescolare.

5. **APPARECCHIATURE**

5.1. Matracchi tarati da 100 a 1 000 ml

5.2. Bicchieri di vetro da 400 ml

5.3. Cilindri graduati da 50 a 150 ml

5.4. Pipette tarate da 10 ml

⁽¹⁾ Secondo la norma ISO/DIS 5725.

- 5.5. Crogioli filtranti in vetro G-4
- 5.6. Beute d'aspirazione sotto vuoto da 500 ml
- 5.7. Pompa a caduta d'acqua
- 5.8. Termometro graduato da 0 a 100° C
- 5.9. Essiccatore, contenente un opportuno essiccatore con indicatore igrometrico, per esempio gel di silice o equivalente.
- 5.10. Stufa regolata alla temperatura di $150 \pm 2^\circ \text{C}$
- 5.11. pH-metro
- 5.12. Piastra riscaldante

6. PROCEDIMENTO

- 6.1. Pesare da 5 a 10 g (M) dei campioni da esaminare, che devono contenere da 50 a 100 ml circa di zinco, versarli in un bicchiere da 400 ml, aggiungere 50 ml di acqua distillata e mescolare.
- 6.2. Aggiungere 2 ml di soluzione di 2-metil-8-ossichinolina (4.7) per ogni decina di mg di zinco contenuto nella soluzione (6.1) e mescolare.
- 6.3. Diluire con 150 ml di acqua distillata, portare (5.12) la temperatura della soluzione a 60° C e aggiungere agitando 45 ml della soluzione di acetato di ammonio 0,2 M (4.6).
- 6.4. Agitare e portare il pH della soluzione a 5,7—5,9 con la soluzione di ammoniaca (4.5); controllare il pH della soluzione per mezzo di un pH-metro.
- 6.5. Lasciare riposare 30 minuti. Servendosi di una pompa a caduta d'acqua, filtrare la soluzione attraverso un crogiolo filtrante (G—4), preventivamente essiccato (150° C) e tarato (M₀). Lavare il precipitato raccolto nel crogiolo con un totale di 150 ml di acqua distillata riscaldata a 95° C.
- 6.6. Introdurre il crogiolo in una stufa regolata alla temperatura di 150° C e essiccare per un'ora.
- 6.7. Togliere il crogiolo dalla stufa, collocarlo in un essiccatoio (5.9) e determinare il peso (M₁) dopo che è tornato alla temperatura ambiente.

7. CALCOLO

Calcolare il tenore in zinco del campione come percentuale in massa (% m/m) mediante la seguente formula:

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

in cui:

- M = massa in grammi della frazione di campione esaminata in 6.1
- M₀ = massa in grammi del crogiolo filtrante vuoto e secco (6.5)
- M₁ = massa in grammi del crogiolo filtrante contenente il precipitato (6.7)

8. RIPETIBILITÀ⁽¹⁾

Per un tenore in zinco dell'ordine dell'1 % (m/m) la differenza tra i risultati di due determinazioni parallele effettuate sullo stesso campione non deve superare lo 0,1 %.

VII. DOSAGGIO E IDENTIFICAZIONE DELL'ACIDO FENOLSOLFONICO

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo descrive l'identificazione e il dosaggio dell'acido fenolsolfonico nei prodotti cosmetici quali gli aerosol e le lozioni per la cura del viso.

2. DEFINIZIONE

Il contenuto in acido fenolsolfonico del campione determinato con questo metodo è espresso come percentuale in massa di fenolsolfonato di zinco anidro.

⁽¹⁾ Secondo la norma ISO/DIS 5725.

3. PRINCIPIO

Il campione destinato all'esame è concentrato a pressione ridotta, sciolto nell'acqua e purificato per estrazione con cloroformio.

Il dosaggio dell'acido fenolsolfonico effettuato per bromo-iodometria su una aliquota della soluzione acquosa filtrata.

4. REATTIVI

Tutti i reattivi devono essere di purezza analitica.

- 4.1. Acido cloridrico concentrato, 36 % ($d_{20}^4 = 1,18$)
- 4.2. Cloroformio
- 4.3. n-Butanolo
- 4.4. Acido acetico glaciale
- 4.5. Ioduro di potassio
- 4.6. Bromuro di potassio
- 4.7. Carbonato di sodio
- 4.8. Acido solfanilico
- 4.9. Nitrito di sodio
- 4.10. Soluzione di bromato di potassio, 0,1N
- 4.11. Soluzione di tiosolfato di sodio, 0,1N
- 4.12. Soluzione acquosa di amido all'1 % (m/v)
- 4.13. Soluzione acquosa di carbonato di sodio al 2 % (m/v)
- 4.14. Soluzione acquosa di nitrito di sodio al 4,5 % (m/v)
- 4.15. Soluzione cloroformica di ditizone allo 0,05 % (m/v)
- 4.16. Eluente n-butanolo-acido acetico glaciale-acqua (4 : 1 : 5, v); dopo agitazione in imbuto separatore, eliminare la fase inferiore.
- 4.17. Reattivo di Pauly
Sciogliere a caldo 4,5 g di acido solfanilico (4.8) in 45 ml di acido cloridrico concentrato (4.1) e diluire con acqua fino a 500 ml. Raffreddare 10 ml di soluzione in una vasca d'acqua ghiacciata e aggiungere, agitando, 10 ml di soluzione fredda di nitrito di sodio (4.14). Lasciare riposare la soluzione per 15 minuti a 0° C — a questa temperatura la soluzione è stabile da 1 a 3 giorni — e aggiungere, immediatamente prima della spruzzatura (7.5), 20 ml di soluzione di carbonato di sodio (4.13).
- 4.18. Piastre di cellulosa già pronte per la cromatografia su strato sottile, formato 20 × 20 cm, spessore dello strato assorbente 0,25 mm.

5. APPARECCHIATURE

- 5.1. Palloni a fondo tondo a 100 ml, provvisti di tappo smerigliato
- 5.2. Imbuto separatore da 100 ml
- 5.3. Beute a tappo smerigliato da 250 ml
- 5.4. Buretta da 25 ml
- 5.5. Pipette tarate da 1, 2 e 10 ml
- 5.6. Pipetta graduata da 5 ml
- 5.7. Siringa da iniezione da 10 ml con graduazione da 0,1 ml
- 5.8. Termometro graduato da 0 a 100° C
- 5.9. Bagnomaria dotato di un elemento riscaldante
- 5.10. Forno ben ventilato e regolato alla temperatura di 80° C
- 5.11. Normali accessori per la cromatografia su strato sottile

6. TRATTAMENTO DEL CAMPIONE

Per l'identificazione e il dosaggio dell'acido fenolsolfonico, negli aerosol si utilizza il residuo ottenuto liberando il contenuto dell'aerosol dai solventi e propellenti che sono volatili ad una pressione normale.

7. IDENTIFICAZIONE

- 7.1. Su sei punti della linea di partenza situata ad 1 cm dal basso della piastra di cellulosa (4.18), depositare successivamente per mezzo di una siringa da iniezione (5.7) 5 microlitri del residuo (6) o del campione.
- 7.2. Porre la piastra in una vasca contenente già l'eluente (4.16) e attendere che il fronte del solvente abbia raggiunto la linea situata a 15 cm dalla linea di partenza.
- 7.3. Dopo averla tolta dalla vasca, essiccare la piastra a 80° C fino ad evaporazione totale dell'acido acetico. Spruzzare la piastra con la soluzione di carbonato di sodio (4.13) e lasciar essiccare all'aria.

- 7.4. Coprire metà piastra con una piastra di vetro e spruzzare la soluzione di ditizone allo 0,05 % (4.15) sulla metà non coperta.
In presenza di ioni di zinco appaiono sul cromatogramma macchie rosso-violette.
- 7.5. Coprire poi con una piastra di vetro la metà della piastra sulla quale è stata spruzzata la soluzione di ditizone, e spruzzare il reattivo di Pauly (4.17) sull'altra metà. In presenza di acido fenolsolfonico appaiono sul cromatogramma una macchia bruno-giallastra (acido p-fenolsolfonico) con un Rf circa a 0,26 e una macchia gialla (acido m-fenolsolfonico) con un Rf circa a 0,45.

8. DOSAGGIO

- 8.1. Pesare 10 g di campione o di residuo (6) in un pallone a fondo tondo da 100 ml e concentrarli, per mezzo di un evaporatore rotante sotto vuoto, fin quasi a secco in un bagnomaria a 40° C.
- 8.2. Pipettare 10,0 di acqua (V₁) nel pallone e sciogliere a caldo il residuo di evaporazione (8.1.)
- 8.3. Travasare quantitativamente la soluzione in un imbuto separatore (5.2) ed estrarre la soluzione acquosa a due riprese con 20 ml di cloroformio (4.2). Dopo ogni estrazione, scartare la fase cloroformica.
- 8.4. Filtrare la soluzione acquosa su un filtro a pieghe; in funzione del contenuto previsto di acido fenolsolfonico, pipettare 1.0 o 2,0 ml (V₂) del filtrato in una beuta da 250 ml (5.3) e diluire a 75 ml con acqua.
- 8.5. Aggiungere 2,5 ml di acido cloridrico al 36 % (4.1) e 2,5 g di bromuro di potassio (4.6), mescolare e riscaldare la soluzione a 50° C a bagnomaria.
- 8.6. Aggiungere mediante una buretta la quantità di soluzione di bromato di potassio 0,1N (4.10) necessaria per far virare al giallo la soluzione, la cui temperatura è mantenuta a 50° C.
- 8.7. Aggiungere 3,0 ml di soluzione di bromato di potassio (4.10). Tappare la beuta e lasciare riposare 10 minuti a bagnomaria a 50° C. Tuttavia se dopo 10 minuti la colorazione è scomparsa, aggiungere ancora 2,0 ml di soluzione di bromato di potassio (4.10) e rimettere la beuta, tappata, per altri 10 minuti nel bagnomaria a 50° C. Annotare la quantità totale di soluzione di bromato di potassio aggiunta (a).
- 8.8. Lasciare raffreddare la soluzione alla temperatura ambiente, aggiungere 2 g di ioduro di potassio (4.5) e mescolare.
- 8.9. Con una soluzione di tiosolfato di sodio 0,1N (4.11), titolare lo iodio libero, aggiungere qualche goccio della soluzione di amido (4.12) come indicatore. Annotare la quantità di tiosolfato di sodio utilizzata (b).

9. CALCOLO

Calcolare la percentuale in massa (% m/m) del fenolsolfonato di zinco del campione o del residuo (6) mediante la formula:

$$\% \text{ fenolsolfonato di zinco} = \frac{(a-b) \times V_1 \times 0,00514 \times 100}{m \times V_2}$$

in cui

- a = quantità totale in ml di soluzione di bromato di potassio 0,1N aggiunta (8.7)
- b = quantità di soluzione in ml di tiosolfato di sodio 0,1N utilizzata per la titolazione (8.9)
- m = quantità di prodotto o di residuo esaminati (8.1) (in milligrammi)
- V₁ = volume in ml della soluzione ottenuta in 8.2
- V₂ = volume in ml del residuo di evaporazione sciolto utilizzato per l'esame (8.4)

Osservazione

Nel caso degli aerosol, il risultato delle misurazioni in percentuale (m/m) del residuo (6) deve essere convertito in percentuale del prodotto di origine.

10. RIPETIBILITÀ ⁽¹⁾

Per un contenuto del 5 % circa di sulfonato di zinco la differenza tra i risultati di due determinazioni parallele effettuate su un medesimo campione non deve superare lo 0,5 %.

11. INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Ai sensi delle disposizioni della direttiva 76/768/CEE concernente i prodotti cosmetici, le lozioni per la cura del viso e i deodoranti possono contenere al massimo il 6 % (m/m) di fenolsolfonato di zinco. A causa di questa formulazione, è necessario determinare non soltanto il tenore in acido fenolsolfonico, ma anche il tenore in zinco. Moltiplicando il tenore in fenolsolfonato di zinco calcolato (in 9) con il coefficiente 0,1588 si ottiene il tenore *minimo* in zinco del prodotto in % (m/m), quale risulta dal tenore misurato in acido fenolsolfonico. Il tenore effettivo in zinco misurato con procedimenti gravimetrici (vedi le disposizioni specifiche) può tuttavia essere più elevato, dato che i prodotti cosmetici possono contenere anche del cloruro e del solfato di zinco.

⁽¹⁾ Secondo la norma ISO/DIS 5725.