

31982L0434

30.6.1982.

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

L 185/1

**KOMISIJAS OTRĀ DIREKTĪVA****(1982. gada 14. maijs)****par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz analīzes metodēm, kas vajadzīgas, lai pārbaudītu kosmētikas līdzekļu sastāvu**

(82/434/EEK)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

nola kvantitatīvai noteikšanai attiecībā pret etanolu vai propān-2-olu;

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar atzinumu, ko sniegusi Komiteja, kura izveidota, lai Direktīvu 76/768/EEK pielāgotu tehnikas attīstībai,

ņemot vērā Padomes 1976. gada 27. jūlija Direktīvu 76/768/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz kosmētikas līdzekļiem<sup>(1)</sup>, kas grozīta ar Direktīvu 79/661/EEK<sup>(2)</sup>, un jo īpaši tās 8. panta 1. punktu,

IR PIENĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

*1. pants*

tā kā Direktīvā 76/768/EEK paredzēta oficiāla kosmētikas līdzekļu testēšana, kuras mērķis ir nodrošināt, lai tiktu ievēroti saskaņā ar Kopienas noteikumiem paredzētie nosacījumi, kas attiecas uz kosmētikas līdzekļu sastāvu;

Dalībvalstis veic visus pasākumus, kas vajadzīgi, lai nodrošinātu to, ka, oficiāli testējot kosmētikas līdzekļus:

— matu kopšanas līdzekļos kvalitatīvi noteic oksidējošos aģentus un kvantitatīvi noteic ūdeņraža peroksīdu,

tā kā pēc iespējas īsā laikā būtu jāparedz visas vajadzīgās analīzes metodes; tā kā pirmais solis, lai sasniegtu šo mērķi, ir sperts, ar Komisijas Direktīvu 80/1335/EEK<sup>(3)</sup> paredzot konkrētas metodes, otrais solis ir noteikt metodes dažu oksidējošo aģentu kvalitatīvai noteikšanai un ūdeņraža peroksīda kvantitatīvai noteikšanai matu kopšanas līdzekļos, dažu oksidējošu krāsvielu kvalitatīvai un puskvantitatīvai noteikšanai matu krāsās, nitrītu kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai, brīvā formaldehīda kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai, rezorcīna kvantitatīvai noteikšanai šampūnos un matu losjonos un meta-

— matu krāsās kvalitatīvi un puskvantitatīvi noteic konkrētas oksidējošās krāsvielas,

— kvalitatīvi un kvantitatīvi noteic nitrītu,

<sup>(1)</sup> OV L 262, 27.9.1976., 169. lpp.<sup>(2)</sup> OV L 192, 31.7.1979., 35. lpp.<sup>(3)</sup> OV L 383, 31.12.1980., 27. lpp.

— kvalitatīvi un kvantitatīvi noteic brīvo formaldehīdu,

— šampūnos un matu losjonos kvantitatīvi noteic rezorcīnu,  
— kvantitatīvi noteic metanolu attiecībā pret etanolu vai propān-2-olu  
saskaņā ar pielikumā aprakstītajām metodēm.

2. pants

Ne vēlāk kā līdz 1983. gada 31. decembrim dalībvalstīs stājas spēkā normatīvie un administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības.

Par tiem dalībvalstis tūlīt informē Komisiju.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1982. gada 14. maijā

Komisijas vārdā —  
Komisijas loceklis  
Karl-Heinz NARJES

## PIELIKUMS

**I. OKSIDĒJOŠO AĢENTU KVALITATĪVA NOTEIKŠANA UN ŪDEŅRAŽA PEROKSĪDA KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA MATU KOPŠANAS LĪDZEKĻOS**

## MĒRĶIS UN JOMA

Ūdeņraža peroksīdu kosmētikas līdzekļos jodometriski var noteikt tikai tad, ja tajos nav citu oksidējošu aģentu, kas no jodīdiem veido jodu. Tāpēc, pirms ūdeņraža peroksīdu kvantitatīvi noteic jodometriski, kvalitatīvi un kvalitatīvi jānoteic visi pārējie kosmētikas līdzeklī esošie oksidējošie aģenti. Kvalitatīva noteikšana notiek divos posmos, pirmajā noteic persulfātus, bromātus un ūdeņraža peroksīdu un otrajā noteic bārija peroksīdu.

## A. PERSULFĀTU, BROMĀTU UN ŪDEŅRAŽA PEROKSĪDA KVALITATĪVA NOTEIKŠANA

## 1. PRINCIPS

Nātrija persulfātu, kālija persulfātu un amonija persulfātu, kālija bromātu, nātrija bromātu un ūdeņraža peroksīdu, kas ir vai nav radies no bārija peroksīda, kvalitatīvi noteic papīra lejupejošajā hromatogrāfijā ar diviem attīstošajiem šķīdinātājiem.

## 2. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

## 2.1. Šādu savienojumu 0,75 % (m/v) standartšķīdumi ūdenī:

2.1.1. nātrija persulfāts,

2.1.2. kālija persulfāts,

2.1.3. amonija persulfāts,

2.1.4. kālija bromāts,

2.1.5. nātrija bromāts,

2.1.6. ūdeņraža peroksīds.

2.2. Attīstošais šķīdinātājs A, 80 % (v/v) etanols.

2.3. Attīstošais šķīdinātājs B, benzols – metanols – 3-metilbutān-1-ols – ūdens (34: 38: 18: 10 tilp.v.).

2.4. Attīstošais reaģents A, 10 % (m/v) kālija jodīda šķīdums ūdenī.

2.5. Attīstošais reaģents B, 1 % (m/v) cietes šķīdums ūdenī.

2.6. Attīstošais reaģents C, 10 % (m/m) sālsskābe.

2.7. 4 N sālsskābe.

## 3. IEKĀRTA UN APRĪKOJUMS

3.1. Hromatogrāfijas papīrs (vatmanpapīrs Nr. 3 un Nr. 4 vai līdzvērtīgs).

3.2. Mikropipete, 1 µl.

3.3. Mērkolbas, 100 ml.

3.4. Kroku filtri.

3.5. Iekārta papīra lejupejošajai hromatogrāfijai.

## 4. PARAUGU SAGATAVOŠANA

## 4.1. Ūdenī šķīstošie kosmētikas līdzekļi

No katra parauga sagatavo divus šķīdumus, izšķīdinot attiecīgi 1 g un 5 g kosmētikas līdzekļa 100 ml ūdens. Papīra hromatogrāfijā, kas aprakstīta 5. iedaļā, izmanto 1  $\mu$ l no katra šķīduma.

## 4.2. Kosmētikas līdzekļi, kas daļēji šķīst ūdenī

4.2.1. Nosver 1 g un 5 g parauga un dispergē 50 ml ūdens, uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni un samaisa. Abas dispersijas izfiltrē caur kroku filtru (3.4. iedaļa) un 1  $\mu$ l no katra filtrāta izmanto papīra hromatogrāfijā, kas aprakstīta 5. iedaļā.

4.2.2. Sagatavo vēl divas dispersijas no katra parauga, dispergējot 1 g un 5 g 50 ml ūdens, skābina ar atšķaidītu sāļsskābi (2.7. iedaļa), uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un samaisa. Abas dispersijas izfiltrē caur kroku filtru (3.4. iedaļa), un 1  $\mu$ l no katra filtrāta izmanto papīra hromatogrāfijā, kas aprakstīta 5. iedaļā.

## 4.3. Krēmi

No katra kosmētikas līdzekļa 5 g un 20 g dispergē 100 ml ūdens, un dispersijas izmanto papīra hromatogrāfijā, kas aprakstīta 5. iedaļā.

## 5. METODE

5.1. Atbilstīgu daudzumu šķīdinātāja A (2.2. iedaļa) un B (2.3. iedaļa) pārnes uz divām atsevišķām hromatogrāfijas kamerām, lai veiktu papīra lejupejošo hromatogrāfiju. Hromatogrāfijas kameras vismaz 24 stundas piesātina ar šķīdinātāja tvaiku.

5.2. Katrā sākuma punktā uz hromatogrāfijas papīra (vatmanpapīra Nr. 3 vai līdzvērtīga) (3.1. iedaļa) joslas, kas ir 40 cm gara un 20 cm plata vai kurai ir cits piemērots lielums, liek 1  $\mu$ l viena parauga šķīduma un viena standartšķīduma, kas sagatavots saskaņā ar 4. un 2.1. iedaļu, un izvaicē šķīdumu gaisā.

5.3. Hromatogrāfijas joslu (5.2. iedaļa) liek hromatogrāfijas kamerā, kas piepildīta ar attīstošo šķīdinātāju A (5.1. iedaļa), un attīsta, līdz šķīdinātāja fronte ir pārvirzījusies par 35 cm (apmēram 15 stundas).

5.4. Atkārtoti 5.2. un 5.3. iedaļā aprakstīto procedūru ar hromatogrāfijas papīru (vatmanpapīru Nr. 4 vai līdzvērtīgu) (3.1. iedaļa) un attīstošo šķīdinātāju B. Veic hromatogrāfiju, līdz šķīdinātāja fronte pārvirzījusies par 35 cm (apmēram piecas stundas).

5.5. Pēc attīstīšanas hromatogrammas izņem un žāvē gaisā.

5.6. Plankumus attīsta, hromatogrammu apsmidzinot pēc kārtas ar:

5.6.1. attīstošo reaģentu A (2.4. iedaļa) un pēc īsa brīža ar attīstošo reaģentu B (2.5. iedaļa). Vispirms hromatogrammā parādās persulfātu plankumi, pēc tam ūdeņraža peroksīda plankumi. Plankumus atzīmē ar zīmuli;

5.6.2. attīstošo reaģentu C (2.6. iedaļa), kas iegūts saskaņā ar 5.6.1. iedaļu; par bromātu klātbūtni liecina pelēcīgi zili plankumi hromatogrammā.

5.7. Ar iepriekšminētajiem nosacījumiem, kas attiecas uz attīstošajiem šķīdinātājiem A (2.2. iedaļa) un B (2.3. iedaļa), standartvielu (2.1. iedaļa)  $R_f$  vērtības ir aptuveni šādas

	Attīstošais šķīdinātājs A (2.2. iedaļa)	Attīstošais šķīdinātājs B (2.3. iedaļa)
nātrija persulfāts	0,40	0,10
kālija persulfāts	0,40	0,02 + 0,05
amonija persulfāts	0,50	0,10 + 0,20
nātrija bromāts	0,40	0,20
kālija bromāts	0,40	0,10 + 0,20
ūdeņraža peroksīds	0,80	0,80

## B. BĀRIJA PEROKSĪDA KVALITATĪVA NOTEIKŠANA

## 1. PRINCIPS

Kad paraugs (A daļas 4.2. iedaļa) skābināts, pēc ūdeņraža peroksīda veidošanās un bārija jonu klātbūtnes kvalitatīvi noteic bārija peroksīdu:

- ja persulfātu nav (A daļa), tad, pievienojot atšķaidītu sērskābi skābā parauga šķīduma devai (B daļas 4.1. iedaļa), veidojas baltas bārija sulfāta nogulsnes. Bārija jonu klātbūtni paraugā (B daļas 4.1. iedaļa) atkal apstiprina papīra hromatogrāfijā, kā aprakstīts šeit turpmāk (B daļas 5. iedaļa),
- ja ir gan bārija peroksīds, gan persulfāti (B daļas 4.2. iedaļa), tad šķīduma atlikumu (B daļas 4.2. iedaļa) šķel sārmā: pēc šķīdināšanas sāļsskābē bārija jonu klātbūtni kausējuma šķīdumā (B daļas 4.2.3. iedaļa) apstiprina papīra hromatogrāfijā un/vai izgulsnējot bārija sulfāta veidā.

## 2. REAĢENTI

## 2.1. Metanols.

## 2.2. Koncentrēta sāļsskābe, 36 % (m/m).

## 2.3. 6 N sāļsskābe.

## 2.4. 4 N sērskābe.

## 2.5. Dinātrijs rodizonāts

2.6. Bārija hlorīds ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

## 2.7. Bezūdens nātrijs karbonāts.

## 2.8. Bārija hlorīda 1 % šķīdums ūdenī.

## 2.9. Attīstošais šķīdinātājs, kas sastāv no metanola, koncentrētas (36 %) sāļsskābes un ūdens (80: 10: 10 tilp.v.).

## 2.10. Attīstošais reaģents, 0,71 % (m/V) dinātrijs rodizonāta šķīdums, ko sagatavo tieši pirms izmantošanas.

## 3. IEKĀRTA UN APRĪKOJUMS

3.1. Mikropipete, 5  $\mu\text{l}$ .

## 3.2. Platīna tīģeļi.

## 3.3. Mērkollbas, 100 ml.

3.4. Hromatogrāfijas papīrs (*Schleicher un Schüll 2043 b* vai līdzvērtīgs). Papīru notīra, attīsta hromatogrāfijas kamerā (A daļas 3.5. iedaļa), kurā ir attīstošais šķīdinātājs (B daļas 2.9. iedaļa), un nožāvē.

## 3.5. Kroku filtrpapīrs.

## 3.6. Parastā iekārta papīra augšupejošajai hromatogrāfijai.

## 4. PARAGU SAGATAVOŠANA

4.1. **Kosmētikas līdzekļi, kuros nav persulfātu**

## 4.1.1. Disperģē 2 g kosmētikas līdzekļa 50 ml ūdens, un ar sāļsskābi (B daļas 2.3. iedaļa) noregulē dispersijas pH apmēram uz 1.

- 4.1.2. Pārnes dispersiju uz 100 ml mērkolbu, uzpilda līdz zīmei ar ūdeni un samaisa. Dispersiju izmanto papīra hromatogrāfijas analīzei, kas aprakstīta 5. iedaļā, un bārija kvalitatīvai noteikšanai, izgulsnējot sulfāta veidā.
- 4.2. **Kosmētikas līdzekļi, kuros ir persulfāti**
- 4.2.1. Disperģē 2 g kosmētikas līdzekļa 100 ml ūdens un izfiltrē.
- 4.2.2. Izzāvētajam atlikumam pievieno nātrija karbonātu (B daļas 2.7. iedaļa), kura masa ir septiņas līdz 10 reizes mazāka par minētā atlikuma masu, sajauc un maisījumu pusstundu kausē platīna tīģelī (B daļas 3.2. iedaļa).
- 4.2.3. Atzēsē līdz istabas temperatūrai, izšķīdina kausējumu 50 ml ūdens un izfiltrē (B daļas 3.5. iedaļa).
- 4.2.4. Kausējuma atlikumu izšķīdina sāļsskābē (B daļas 2.3. iedaļa) un uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml. Šķīdumu izmanto papīra hromatogrāfijas analīzei, kas aprakstīta 5. iedaļā, un bārija kvalitatīvai noteikšanai, izgulsnējot sulfāta veidā.
5. METODE
- 5.1. Attiecīgu daudzumu attīstošā šķīdinātāja (B daļas 2.9. iedaļa) pārnes uz augšupejošās papīra hromatogrāfijas kameru un piesātina kameru vismaz 15 stundas.
- 5.2. Uz hromatogrāfijas papīra gabala, kas iepriekš apstrādāts, kā aprakstīts B daļas 3.4. iedaļā, trijos sākuma punktos liek 5 µl katra šķīduma, kas sagatavots saskaņā ar B daļas 4.1.2. un 4.2.4. iedaļu, un standartšķīduma (B daļas 2.8. iedaļa).
- 5.3. Gaisā nožāvē parauga un standartšķīduma plankumus. Attīsta hromatogrammu, līdz šķīdinātāja fronte ir pārvirzījies par 30 cm.
- 5.4. Hromatogrammu izņem no kameras un žāvē gaisā.
- 5.5. Apsmidzinot papīru ar attīstošo reaģentu (B daļas 2.10. iedaļa), attīsta plankumus hromatogrammā. Bārija klātbūtnē hromatogrammā parādās sarkani plankumi ar aptuvenu  $R_f$  vērtību 0,10.

### C. ŪDEŅRAŽA PEROKSĪDA KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

#### 1. PRINCIPS

Ūdeņraža peroksīda jodometriskās kvantitatīvās noteikšanas pamatā ir šāda reakcija:



Šī reakcija notiek lēni, bet to var paātrināt, pievienojot amonija molibdātu. Radošos jodu noteic titrimetriski ar nātrija tiosulfātu, un tas ir ūdeņraža peroksīda saturs mērs.

#### 2. NOTEIKŠANA

Ūdeņraža peroksīda saturu, ko mēra, kā aprakstīts šeit turpmāk, izteic kosmētikas līdzekļa masas procentos (% m/m).

#### 3. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

- 3.1. 2 N sērskābe.
- 3.2. Kālija jodīds.
- 3.3. Amonija molibdāts.
- 3.4. 0,1 N nātrija tiosulfāts.

- 3.5. 10 % (m/v) kālija jodīda šķīdums, ko gatavo tieši pirms izmantošanas.
- 3.6. Amonija molibdāta šķīdums, 20 % (m/v).
- 3.7. Cietes šķīdums, 1 % (m/v).
4. IEKĀRTA UN APRĪKOJUMS
- 4.1. Vārglāzes, 100 ml.
- 4.2. Birete, 50 ml.
- 4.3. Mērkolbas, 250 ml.
- 4.4. Mērcilindri, 25 ml un 100 ml.
- 4.5. Pipetes ar vienu iedaļu, 10 ml.
- 4.6. Koniskās kolbas, 250 ml.
5. METODE
- 5.1. Vārglāzē ar 100 ml ietilpību iesver 10 g (m gramus) kosmētikas līdzekļa, kas satur 0,6 g ūdeņraža peroksīda. Pārnes vārglāzes saturu uz 250 ml mērkolbu, uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un samaisa.
- 5.2. Ar pipeti iepilina 10 ml parauga šķīduma (5.1. iedaļa) 250 ml koniskajā kolbā (4.6. iedaļā) un secīgi pievieno 100 ml 2 N sērskābes (3.1. iedaļa), 20 ml kālija jodīda šķīduma (3.5. iedaļa) un trīs pilienus amonija molibdāta šķīduma (3.6. iedaļa).
- 5.3. Jodu, kas veidojas, tūlīt titrē ar 0,1 n nātrija tiosulfāta šķīdumu (3.4. iedaļa) un tieši pirms beigu punkta kā indikatoru pievieno dažus mililitrus cietes šķīduma (3.7. iedaļa). Reģistrē 0,1 N nātrija tiosulfāta (3.4. iedaļa) patēriņu mililitros (V).
- 5.4. Kā aprakstīts 5.2. un 5.3. iedaļā, izdara tukšo analīzi, 10 ml parauga šķīduma vietā izmantojot 10 ml ūdens. Reģistrē 0,1 N nātrija tiosulfāta patēriņu tukšajā analīzē (V<sub>0</sub> ml).
6. APRĒĶINS

Aprēķina ūdeņraža peroksīda saturu kosmētikas līdzeklī masas procentos (% m/m) pēc formulas:

$$\begin{aligned} \% \text{ ūdeņraža peroksīda} &= \frac{(V - V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1\,000} \\ &= \frac{(V - V_0) \times 4,252}{m}, \end{aligned}$$

kur

m = analizējamā kosmētikas līdzekļa (5.1. iedaļa) daudzums gramos,

V<sub>0</sub> = 0,1 N tiosulfāta šķīduma patēriņš mililitros tukšajā analīzē (5.4. iedaļa),

V = 0,1 N tiosulfāta šķīduma patēriņš mililitros parauga šķīduma titrēšanā (5.3. iedaļa).

7. ATKĀRTOJAMĪBA (¹).

Ja ūdeņraža peroksīda saturs kosmētikas līdzeklī ir aptuveni 6 %, tad no viena parauga divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,2 % vērtību.

(¹) Sk. Norm ISO 5725

## II. DAŽU OKSIDĒJOŠO KRĀSVIELU KVALITATĪVA UN PUSKVANTITATĪVA NOTEIKŠANA MATU KRĀSĀS

## 1. MĒRĶIS UN JOMA

Šī metode ir piemērota šādu vielu kvalitatīvai un puskvantitatīvai noteikšanai krēmveida vai šķidrās matu krāsās

Vielas	Simbols
<i>Fenilēndiamīni</i>	
o-fenilēndiamīns	(OPD)
m-fenilēndiamīns	(MPD)
p-fenilēndiamīns (V pielikums)	(PPD)
<i>metilfenilēndiamīni</i>	
4-metil-1,2-fenilēndiamīns (toluol-3,4-diamīns)	(OTD)
4-metil-1,3-fenilēndiamīns (toluol-2,4-diamīns)	(MTD)
2-metil-1,4-fenilēndiamīns (toluol-2,5-diamīns)	(PTD)
<i>Diaminofenoli</i>	
2,4-diaminofenols	(DAP)
<i>Hidrohinons</i>	
1,4-benzēndiols	(H)
α-Naftols	(a-N)
<i>Pirogallols</i>	
1,2,3-hidroksibenzols	(P)
<i>Rezorcīns</i>	
1,3-dihidroksibenzols	(R)

## 2. PRINCIPS

Oksidējošās krāsvielas pH 10 līmenī ar 96 % etanolu ekstrahē no krēmveida vai šķidrām matu krāsām un kvalitatīvi noteic viendimensionālā vai divdimensionālā plānslāņa hromatogrāfijā.

Veicot šo vielu puskvantitatīvu noteikšanu, paraugu hromatogrammu četrās attīstīšanas sistēmās salīdzina ar vienlaicīgi un pēc iespējas līdzīgos apstākļos iegūtu standartvielu hromatogrammu.

## 3. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

3.1. Etanols, bezūdens.

3.2. Acetons.

3.3. Etanols, 96 % v/v.

3.4. Amonjaka šķīdums, 25 % ( $(d_4^{20} = 0,91) = 0,91$ ).



- 3.5. L(+)-askorbīnskābe.
- 3.6. Hloroforms.
- 3.7. Cikloheksāns.
- 3.8. Slāpekļis, tehniskais.
- 3.9. Toluols.
- 3.10. Benzols.
- 3.11. n-butanols.
- 3.12. 2-butanols.
- 3.13. Fosforapskābe, 50 % (V/V) šķīdums.
- 3.14. Diazotējošs reaģents. Vai nu:
- 3-nitro-1-benzoldiazonija hlorbenzolsulfonāts (stabilizēta sāls forma) kā *Red 2 JN – Francolor*,
  - 2-hlor-4-nitro-1-benzoldiazonija naftalīnbenzoāts (stabilizēta sāls forma) kā *NNCD* reaģents Nr. 74 150 *FLUKA*,
- vai līdzvērtīgs.
- 3.15. Sudraba nitrāts.
- 3.16. p-dimetilaminobenzaldehīds.
- 3.17. 2,5-dimetilfenols.
- 3.18. Dzelzs(III) hlorīda heksahidrāts.
- 3.19. Sālsskābe, 10 % (m/v) šķīdums.
- 3.20. **Standartvielas**
- Standartvielas uzskaitītas 1. iedaļā "Mērķis un joma". Amīnu savienojumu standartvielai jābūt hidrohlorīdam (mono- vai di-) vai brīvai bāzei.
- 3.21. **Standartsķīdumi 0,5 % (m/v)**
- Sagatavo visu 3.20. iedaļā minēto standartvielu 0,5 % (m/v) šķīdumus.
- Iesver 50 mg ± 1 mg standartvielas 10 ml mērkolbā.
- Pievieno 5 ml 96 % etanola (3.3. iedaļa) un 250 mg askorbīnskābes (3.5. iedaļa).
- Lai šķīdums būtu sārmais, pievieno amonjaka šķīdumu (3.4. iedaļa), kas nodrošina pH 10 (pārbauda ar indikatorpapīru).
- Uzpilda līdz 10 ml ar 96 % etanolu (3.3. iedaļa) un samaisa.
- Šķīdumus var glabāt vienu nedēļu tumšā, vēsā vietā.
- Dažos gadījumos pēc tam, kad pievienota askorbīnskābe un amonjaks, var veidoties nogulsnes. Pirms turpina analīzi, būtu jāļauj tām nostāties.
- 3.22. **Attīstošie šķīdinātāji**
- 3.22.1. Acetons – hloroforms – toluols (35: 25: 40 tilp.v.).
- 3.22.2. Hloroforms – cikloheksāns – absolūtais spirts – 25 % amonjaks (80: 10: 10: 1 tilp.v.).
- 3.22.3. Benzols – butān-2-ols – ūdens (50: 25: 25 tilp.v.). Labi sakrata un pēc atdalīšanas istabas temperatūrā (20 – 25 °C) izmanto virsējo fāzi.
- 3.22.4. n- butanols – hloroforms – reaģents M (7: 70: 23 tilp.v.). Istabas temperatūrā (20 - 25°C) rūpīgi atdala un izmanto apakšējo fāzi.

*Reaģenta M gatavošana*

amonjaka šķīdums, 25 % (V/V)	24 tilp.v.
fosforapskābe, 50 % (3.13. iedaļa)	1 tilp.v.
ūdens	75 tilp.v.

*PIEZĪME*

Attīstošie šķīdinātāji, kas satur amonjaku, tieši pirms izmantošanas labi jāsakrata.

**3.23. Attīstītāji****3.23.1. Diazotējošs reaģents**

Sagatavo attiecīgā reaģenta 5 % (m/V) šķīdumu ūdenī (3.14. iedaļa). Šķīdums jāgatavo tieši pirms izmantošanas.

**3.23.2. Ērliha reaģents**

Izšķīdina 2 g p-dimetilaminobenzaldehīda (3.16. iedaļa) 100 ml 10 % (m/V) sāļsskābes šķīduma ūdenī (3.19. iedaļa).

**3.23.3. 2,5-dimetilfenols – dzelzs(III) hlorīda heksahidrāts:**

1. šķīdums: izšķīdina 1 g dimetilfenola (3.17. iedaļa) 100 ml 96 % etanola (3.3. iedaļa);

2. šķīdums: izšķīdina 4 g dzelzs(III) hlorīda heksahidrāta (3.18. iedaļa) 100 ml 96 % etanola (3.3. iedaļa).

Attīstot šos divus šķīdumus izsmidzina atsevišķi – vispirms 1. šķīdumu, pēc tam 2. šķīdumu.

**3.23.4. Sudraba nitrāta amonjakāls šķīdums**

5 % (m/V) sudraba nitrāta šķīdumam ūdenī (3.15. iedaļa) pievieno 25 % amonjaku (3.4. iedaļa), līdz nogulsnes izšķīst. Šis reaģents jāgatavo tieši pirms izmantošanas.

Neglabā.

**4. IEKĀRTA****4.1. Parastais laboratorijas aprīkojums plānslāņa hromatogrāfijai.**

4.1.1. Plastikā vai stikla pārsegs, kas izveidots tā, lai hromatogrāfiskā plate, uznesot šķīdumus un žāvējot, atrastos slāpekļa atmosfērā. Šī piesardzība vajadzīga tāpēc, lai novērstu to, ka dažas krāsvielas oksidējas.

4.1.2. Mikrošļirce, 10 µl, ar 0,2 µl iedaļām un adatu ar taisnu galu vai, labāk, 50 µl automātiskais dozators, ko nostiprina statīvā tā, lai plati varētu turēt slāpekli.

4.1.3. Izmantošanai gatavas 0,25 mm biezas 20 × 20 cm plānslāņu silikagela plates (*Machery and Nagel, Silica G-HR*, kam ir plastikas pamats, vai līdzvērtīgas).

4.2. Centrifūga, 4000 apgr./min.

4.3. Centrifūgas mēģenes, 10 ml, ar skrūvējamu plastikas vāciņu, kas pārklāts ar PTFE, vai līdzvērtīgas.

**5. PROCEDŪRA****5.1. Analizējamo paraugu apstrāde**

Noņem pirmos 2 vai 3 cm krēma, ko izspiež no tūbiņas.

Iepriekš ar slāpekli izskalotā centrifūgas mēģenē (4.3. iedaļa) liek 300 mg askorbīnskābes un 3 g krēma vai 3 g homogenizēta šķidrums.

Pa pilienam pievieno 25 % amonjaku (3.4. iedaļa), līdz pH ir 10. Uzpilda līdz 10 ml ar 96 % etanolu (3.3. iedaļa).

Homogenizē slāpekli (3.8. iedaļa), aiztaisa mēģeni un 10 minūtes centrifugē ar 4000 apgr./min.

Izmanto centrifugātu.

**5.2. Hromatogrāfija****5.2.1. Šķīdumu uznešana uz plātēm**

Slāpekli (3.8. iedaļa) uz hromatogrāfijas plates (4.1.3. iedaļa) deviņos punktos, kas atrodas apmēram 1,5 cm cits no cita uz līnijas, kura ir apmēram 1,5 cm no plates malas, klāj 1 µl katra iepriekšminētā standartšķīduma.

Šos standartšķīduma plankumus izvieto šādi:

1	2	3	4	5	6	7	8	9
R	P	H	PPD	DAP	PTD	OPD	OTD	MPD
MTD	a-N							

Turklāt 10. un 11. punktā attiecīgi klāj 2 µl kontrolšķīduma paraugu, ko iegūst saskaņā ar 5.1. iedaļu.

Plati tur slāpekli (3.8. iedaļa) līdz hromatogrāfiskās analīzes beigām.

**5.2.2. Attīstīšana**

Liek plati kamerā, kas iepriekš izskalota ar slāpekli (3.8. iedaļa), piesātināta ar vienu no četriem šķīdinātājiem (3.22. iedaļa) un attīsta istabas temperatūrā (20 līdz 25 °C) tumsā, līdz šķīdinātāja fronte ir pārvirzījies apmēram par 15 cm no starta līnijas.

Izņem plati un istabas temperatūrā žāvē slāpekli (3.8. iedaļa).

**5.2.3. Apsmidzināšana**

Plati tūlīt apsmidzina ar vienu no četriem šķīdinātājiem, kas norādīti 3.23. iedaļā.

**5.2.4. Kvalitatīva noteikšana**

Salīdzina parauga  $R_f$  vērtību un iegūto krāsu ar hromatografēto standartvielu  $R_f$  vērtību un krāsu.

I tabulā ir  $R_f$  vērtību piemēri un krāsas katrai standartvielai atkarībā no izmantotā šķīdinātāja un indikatora.

Šaubu gadījumā apstiprinājumu dažreiz var gūt ar standartpievienošanas metodi, pievienojot attiecīgās standartvielas šķīdumu parauga ekstraktam.

**5.2.5. Puskvantitatīvais vērtējums**

Vizuāli salīdzina visu 5.2.4. iedaļā noteikto vielu plankumu intensitāti ar standartvielu attiecīgā diapazona koncentrācijām.

Ja vienas vai vairāku paraugā atrasto vielu koncentrācija ir pārākumā, tad parauga ekstraktu atšķaida un mērījumu atkārto.

## I TABULA

**R<sub>f</sub> vērtības un krāsas, ko iegūst tūlīt pēc attīstīšanas**

Standart- viela (3.20. ieda- ļa)	Attīstošie šķīdinātāji				Attīstītāji			
	R <sub>f</sub> vērtības				Iegūtās krāsas			
	(3.22.1. i- edaļa)	(3.22.2. i- edaļa)	(3.22.3. i- edaļa)	(3.22.4. i- edaļa)	Diazotējošs reaģents (3.23.1. iedaļa)	Ērliha reaģents (3.23.2. iedaļa)	Dimetil-fenols (3.23.3. iedaļa)	AgNO <sub>3</sub> (3.23.4. iedaļa)
OPD	0,62	0,60	0,30	0,57	bāli brūns	—	—	bāli brūns
MPD	0,40	0,60	0,47	0,48	violeti brūns(°)	dzeltens	bāli brūns	bāli brūns
PPD	0,20	0,50	0,30	0,48	brūns	spilgti sarkans(°)	violets	pelēks
OTD	0,60	0,60	0,53	0,60	brūns(°)	bāli oranžs	bāli brūns	pelēcīgi brūns
MTD	0,40	0,67	0,45	0,60	sarkanīgi brūns(°)	dzeltens	brūns	melns
PTD	0,33	0,65	0,37	0,70	brūns	oranžs	violets(°)	pelēks
DAP	0,07	—	0	0,05	brūns(°)	oranžs	violets	brūns
H	0,50	0,35	0,80	0,20	—	oranžs	violets	melns(°)
a:N	0,90	0,80	0,90	0,75	oranži brūns	—	violets(°)	melns
P	0,37	—	0,67	0,05	brūns	ļoti bāli violets	ļoti bāli brūns	brūns(°)
R	0,50	0,37	0,80	0,17	oranžs(°)	bāli violets	ļoti bāli brūns	bāli brūns

**Piezīme**

1. OPD tikai nedaudz parādās; lai to skaidri atšķirtu no OTD, jāizmanto šķīdinātājs (3.22.3. iedaļa)

2. (°)Norāda labāko krāsu attīstījumam

## 6. PĀRBAUDE DIVDIMENSIJU PLĀNSLĀŅA HROMATOGRĀFIJĀ

Šajā divdimensiju hromatogrāfijas procedūrā jāizmanto papildu standarti un reaģenti.

### 6.1. Papildu standartšķīdumi un vielas

- 6.1.1. β-naftols (β-N);
- 6.1.2. 2-aminofenols (OAP);
- 6.1.3. 3-aminofenols (MAP);
- 6.1.4. 4-aminofenols (PAP);
- 6.1.5. 2-nitro-1,4-fenilēndiamīns (2-NPPD);
- 6.1.6. 4-nitro-1,2-fenilēndiamīns (4-NOPD).

No katras papildu vielas sagatavo 0,5 % m/V šķīdumu, kā aprakstīts 3.21. iedaļā.

### 6.2. Papildu attīstošais šķīdinātājs

- 6.2.1. Etilacetāta – cikloheksāna – amonjaka šķīdums, 25 % (65: 30: 0,5 tilp.v.).

### 6.3. Papildu indikatora sistēma

Liek stikla trauku attīstīšanas kamerā plānslāņa hromatogrāfijai, pievieno apmēram 2 g kristāliskā joda un uzliek kamerai piemērotu vāku.

**6.4. Hromatogrāfija**

- 6.4.1. Uz plānslāņu plates (4.1.3. iedaļa) sorbenta virsmas uzzīmē divas līnijas, kā parādīts 1. attēlā.
- 6.4.2. Slāpekļa atmosfērā (4.1.1. iedaļa) 1 līdz 4  $\mu$ l ekstrakta (5.1. iedaļa) klāj sākuma punktā 1 (1. attēls), kas ir 2 cm no abām malām. Ekstrakta daudzums atkarīgs no plankumu intensitātes 5.2. iedaļā aprakstītajās hromatogrammas.
- 6.4.3. Starp punktu 2 un 3 (1. attēls) sadala oksidējošās krāsvielas, kas kvalitatīvi noteiktas vai ko uzskata par kvalitatīvi noteiktām (5.2. iedaļa) (attālums starp punktiem 1,5 cm). Klāj 2  $\mu$ l katra standartsķīduma, izņemot DAP, no kura jāklāj 6  $\mu$ l. Šo darbību veic slāpekļī (6.4.2. iedaļa).
- 6.4.4. Sākuma punktā 4 un 5 (1. attēls) atkārti 6.4.3. iedaļā minēto darbību un tur plati slāpekļī līdz hromatogrāfijas beigām (attālums starp punktiem 1,5 cm).
- 6.4.5. Izskalo hromatogrāfijas kameru ar slāpekli (3.8. iedaļa) un iepilda piemērotu daudzumu attīstošā šķīdinātāja (3.22.2. iedaļa). Liek plati (6.4.4. iedaļa) kamerā un tumsā attīsta pirmajā eluācijas virzienā (1. attēls).  
Eluē, līdz šķīdinātāja fronte ir sasniegusi uz plates atzīmēto līniju (apmēram 13 cm).
- 6.4.6. Izņem plati no kameras un liek hromatogrāfijas kamerā, kas iepriekš izskalota ar slāpekli, un vismaz 60 minūtes tvaicē eluentu.
- 6.4.7. Mēģenē ar iedaļām piemērotu daudzumu eluenta (6.2. iedaļa) ieliek kamerā, kas izskalota ar slāpekli (3.8. iedaļa), ieliek kamerā (6.4.6. iedaļa) plati, kura pagriezta par 90°, un veic hromatogrāfiju otrā virzienā (arī tumsā), kamēr šķīdinātāja fronte sasniedz uz sorbenta virsmas uzzīmēto līniju. Izņem plati no kameras un iztvaicē eluentu gaisā.
- 6.4.8. Uz 10 minūtēm ieliek plati hromatogrāfijas kamerā ar joda tvaiku (6.3. iedaļa) un interpretē divdimensiju hromatogrammu, izmantojot vienlaicīgi hromatografēto standartvielu  $R_f$  vērtības un krāsas ( $R_f$  vērtības un krāsas norādītas II tabulā).

*Piezīme*

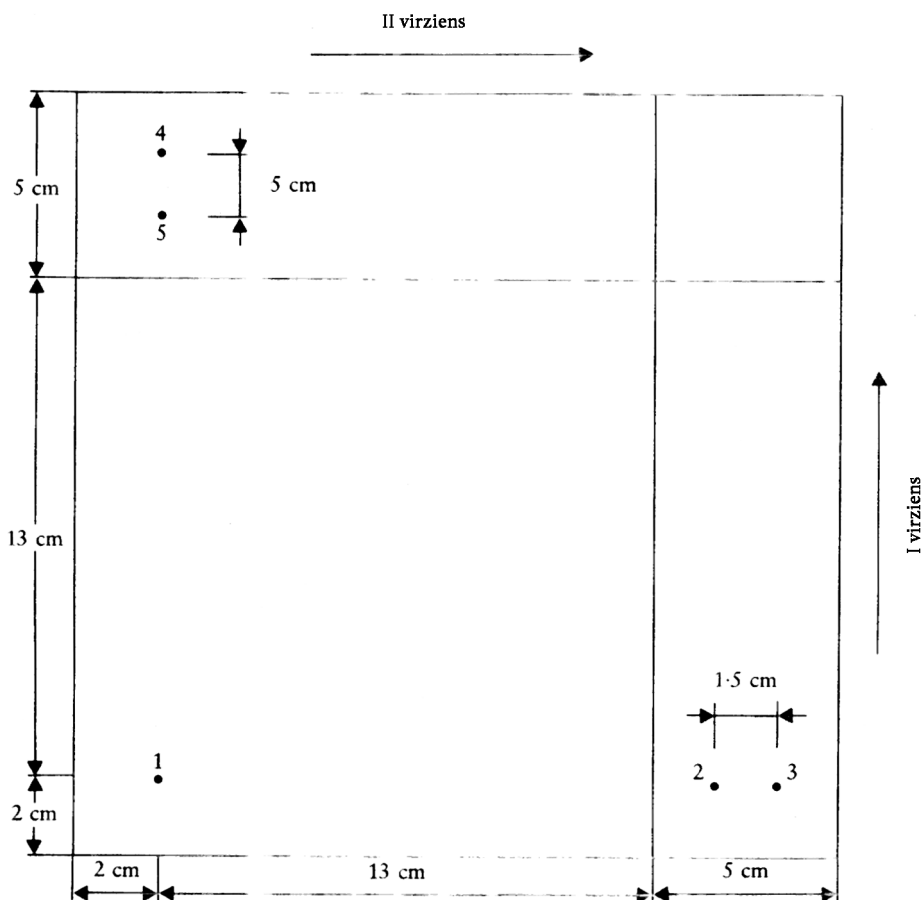
Lai iegūtu plankumu maksimālo krāsojumu, hromatogrammu pēc attīstīšanas pusstundu atstāj gaisā.

- 6.4.9. Saskaņā ar 6.4.8. iedaļā noteikto oksidējošo krāsvielu klātbūtni pilnīgi var apstiprināt, atkārtojot 6.4.1. līdz 6.4.8. iedaļā aprakstītās darbības un sākuma punktā 1 pievienojot 6.4.2. iedaļā norādītajam ekstrakta daudzumam 1  $\mu$ l 6.4.8. iedaļā noteikto standartvielu; ja, salīdzinot ar hromatogrammu, kas iegūta saskaņā ar 6.4.8. iedaļu, neatrod nevienu citu plankumu, tad 6.4.8. iedaļā aprakstītā hromatogrammas interpretācija ir pareiza.

II TABULA  
Standartvielu krāsa pēc hromatogrāfijas un attīstīšanas ar joda tvaiku

Standartvielas	Krāsa pēc attīstīšanas ar joda tvaiku
R	smilškrāsa
P	brūns
a·N	violets
β·N	bāli brūns
H	violeti brūns
MPD	dzeltenīgi brūns
PPD	violeti brūns
MTD	tumši brūns
PTD	dzeltenīgi brūns
DAP	tumši brūns
OAP	oranžs
MAP	dzeltenīgi brūns
PAP	violeti brūns
2-NPPD	brūns
4-NOPD	oranžs

1. attēls



## III. NITRĪTA KVALITATĪVA UN KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

## A. KVALITATĪVA NOTEIKŠANA

## 1. MĒRĶIS UN JOMA

Šī metode ir piemērota nitrīta kvalitatīvai noteikšanai kosmētikas līdzekļos, īpaši krēmos un pastās.

## 2. PRINCIPS

Par nitrīta klātbūtni liecina krāsainu 2-aminobenzaldehīda fenilhidrazonu (*Nitrin*®) saturošu atvasinājumu veidošanās.

## 3. REAĢENTI

Visiem reaģentiem vajadzētu būt ar analītisku kvalitāti.

3.1. Atšķaidīta sērskābe: atšķaida 2 ml koncentrētas sērskābes ( $(d_4^{20} = 1,84) = 1,84$ ) ar 11 ml destilēta ūdens.

3.2. Atšķaidīta sālsskābe: atšķaida 1 ml koncentrētas sālsskābes ( $(d_4^{20} = 1,19) = 1,19$ ) ar 11 ml destilēta ūdens.

3.3. Metanols.

3.4. 2-aminobenzaldehīda fenilhidrazona (*Nitrin*® reaģenta) šķīdums metanolā.

Nosver 2,0 g *Nitrin*® un kvantitatīvi pārnes uz 100 ml mērkolbu. Pa pilienam pievieno 4 ml atšķaidītas sālsskābes (3.2. iedaļa) un sakrata. Uzpilda līdz zīmei ar metanolu un maisa, līdz šķīdums ir pilnīgi dzidrs. Šķīdumu glabā tumšā stikla pudelē (4.3. iedaļa).

## 4. IEKĀRTA

4.1. Vārglāzes, 50 ml.

4.2. Mērkolba, 100 ml.

4.3. Tumša stikla pudele, 125 ml.

4.4. Stikla plate, 10 × 10 cm.

4.5. Plastikas karotīte.

4.6. Filtrpapīrs, 10 × 10 cm.

## 5. PROCEDŪRA

5.1. Daļu analizējamā parauga vienmērīgi izlīdzina uz stikla plates (4.4. iedaļa) kārtā, kas nav biezāka par 1 cm.

5.2. Samērcē filtrpapīra (4.6. iedaļa) loksni destilētā ūdenī. To uzliek uz parauga un piespiež ar plastikas karotīti (4.5. iedaļa).

5.3. Pagaida apmēram vienu minūti un filtrpapīra centrā:

— uzpilda divus pilienus atšķaidītas sērskābes (3.1. iedaļa),

— pēc tam divus pilienus *Nitrin*® šķīduma (3.4. iedaļa).

5.4. Pēc piecām līdz desmit sekundēm noņem filtrpapīru un apskata pret dienasgaismu. Par nitrīta klātbūtni liecina purpursarkans krāsojums.

Ja nitrīta saturs ir zems, tad purpursarkanais krāsojums 5 – 15 sekundēs kļūst dzeltens. Ja nitrīta daudzums ir liels, tad krāsa mainās tikai pēc vienas vai divām minūtēm.

#### 6. PIEZĪME

Purpursarkanās krāsas intensitāte un laiks, kādā tā kļūst dzeltena, var liecināt par nitrīta saturu paraugā.

### B. KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

#### 1. MĒRĶIS

Ar šo metodi kvantitatīvi noteic nitrītu kosmētikas līdzekļos.

#### 2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi noteikto nitrīta saturu izsaka nātrija nitrīta masas procentos.

#### 3. PRINCIPS

Kad paraugs ir atšķaidīts ar ūdeni un dzidrināts, tad nitrītam liek reaģēt ar sulfanilamīdu un N-1-naftiletilēndiamīnu un 538 nm līmenī izmēra iegūtās krāsas blīvumu.

#### 4. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

##### 4.1. Dzidrināšanas reaģenti: šos reaģentus nedrīkst izmantot ilgāk kā vienu nedēļu pēc sagatavošanas.

##### 4.1.1. I Karesa reaģents:

izšķīdina 106 g kālija cianofērāta(II)  $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$  destilētā ūdenī un atšķaida ar ūdeni līdz 1000 ml.

##### 4.1.2. II Karesa reaģents:

izšķīdina 219,5 g cinka acetāta  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  un 30 ml ledus etiķskābes destilētā ūdenī un atšķaida ar ūdeni līdz 1000 ml.

##### 4.2. Nātrija nitrīta šķīdums:

izšķīdina 0,500 g nātrija nitrīta destilētā ūdenī 1000 ml mērkolbā un atšķaida ar ūdeni līdz zīmei. Atšķaida 10,0 ml šā standartšķīduma līdz 500 ml; 1 ml pēdējā šķīduma ir vienāds ar 10 mikrogramiem  $NaNO_2$ .

##### 4.3. 1 N nātrija hidroksīda šķīdums.

##### 4.4. 0,2 % sulfanilamīda hidrohlorīda šķīdums:

sildot izšķīdina 2,0 g sulfanilamīda 800 ml ūdens. Atdzesē un maisot pievieno 100 ml koncentrētas sālsskābes. Atšķaida ar ūdeni līdz 1000 ml.

##### 4.5. 5 N sālsskābe.

##### 4.6. N-1-naftilreaģents:

šis šķīdums jāgatavo izmantošanas dienā. Izšķīdina 0,1 g N-1-naftiletilēndiamīna dihidrohlorīda ūdenī un atšķaida ar ūdeni līdz 100 ml.

#### 5. IEKĀRTA

##### 5.1. Analītiskie sviri.

##### 5.2. Mērkolbas, 100, 250, 500 un 1 000 ml.

##### 5.3. Mērpipetes vai pipetes ar iedaļām.



- 5.4. Mērcilindri, 100 ml.
- 5.5. Kroku filtrpapīri bez nitrītiem, ar diametru 15 cm.
- 5.6. Ūdens vanna.
- 5.7. Spektrofotometrs ar 1 cm garām kivetēm.
- 5.8. pH metrs.
- 5.9. Mikrobirete, 10 ml.
- 5.10. Vārglāzes, 250 ml.
6. PROCEDŪRA
  - 6.1. Ar 0,1 mg precizitāti nosver aptuveni 0,5 g (m grami) homogenizētā parauga, ar karstu destilētu ūdeni kvantitatīvi pārnes uz 250 ml vārglāzi (5.10. iedaļa) un uzpilda apmēram līdz 150 ml ar karstu destilētu ūdeni. Uz pusstundu liek vārglāzi (5.10. iedaļa) ūdens vannā (5.6. iedaļa) 80°C temperatūrā. Šajā laikā ik pa brīdim sakrata.
  - 6.2. Atdziest līdz istabas temperatūrai un maisot secīgi pievieno 2 ml I Karesa reaģenta (4.1.1. iedaļa) un 2 ml II Karesa reaģenta (4.1.2. iedaļa).
  - 6.3. Pievieno 1 N nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3. iedaļa), lai noregulētu pH uz 8,3. (Izmanto pH metru (5.8. iedaļa)). Saturu kvantitatīvi pārnes uz 250 ml mērkolbu (5.2. iedaļa) un uzpilda līdz zīmei ar destilētu ūdeni.
  - 6.4. Samaisa un izfiltrē caur kroku filtrpapīru (5.5. iedaļa).
  - 6.5. Ar pipeti (5.3. iedaļa) piemērotu alikvotu (V ml) daļu, tomēr ne vairāk kā 25 ml, dzidrā filtrāta iepilina 100 ml mērkolbā (5.2. iedaļa) un pievieno destilētu ūdeni līdz 60 ml tilpumam.
  - 6.6. Samaisa, pievieno 10,0 ml sulfanilamīda hidrohlorīda šķīduma (4.4. iedaļa) un pēc tam 6,0 ml 5 N sāļsskābi (4.5. iedaļa). Sajauc un piecas minūtes ļauj nostāties. Pievieno 2,0 ml N-1-naftilreaģenta (4.6. iedaļa), samaisa un trīs minūtes ļauj nostāties. Atšķaida ar ūdeni līdz zīmei un samaisa.
  - 6.7. Sagatavo tukšo analīzi, atkārtojot 6.5. un 6.6. iedaļā aprakstītās darbības bez N-1-naftilreaģenta (4.6. iedaļa).
  - 6.8. Izmēra (5.7. iedaļa) saskaņā ar 6.6. iedaļu iegūtā šķīduma optisko blīvumu 538 nm līmenī, par standartu izmantojot tukšo šķīdumu (6.7. iedaļa).
  - 6.9. No kalibrēšanas līknes (6.10. iedaļa) nolasa nātrija nitrīta saturu mikrogramos uz 100 ml šķīduma ( $m_1$  mikrogrami), kas atbilst optiskajam blīvumam, kuru mēra saskaņā ar 6.8. iedaļu.
  - 6.10. Izmantojot 10 µg uz ml nātrija nitrīta šķīduma (4.2. iedaļa), zīmē kalibrēšanas līkni nātrija nitrītam 0, 20, 40, 60, 80, 100 µg koncentrācijā.
7. APRĒĶINS

Aprēķina nātrija nitrīta saturu paraugā masas procentos pēc formulas:

$$\% \text{NaNO}_2 = \frac{250}{V} \times m_1 \times 10^{-6} \times \frac{100}{m} = \frac{m_1}{V \times m \times 40},$$

kur

m = noteikšanai ņemtā parauga (6.1. iedaļa) masa gramos,

m<sub>1</sub> = nātrija nitrīta saturs mikrogramos, kas noteikts saskaņā ar 6.9. iedaļu,

V = mērījumam izmantotais filtrāts mililitros (6.5. iedaļa).

#### 8. ATKĀRTOJAMĪBA (\*)

No viena parauga ar aptuveni 0,2 % (m/m) nātrija nitrīta saturu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,005 % vērtību.

### IV. BRĪVĀ FORMALDEHĪDA KVALITATĪVA UN KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

#### 1. MĒRĶIS UN JOMA

Ar šo metodi kvalitatīvi un kvantitatīvi noteic brīvo formaldehīdu. Tā ir piemērojama visiem kosmētikas līdzekļiem un sastāv no trijām daļām.

##### 1.1. Kvalitatīva noteikšana.

##### 1.2. Kvantitatīva noteikšana pentān-2,4-diona kolorimetrijā.

Šī metode nav pietiekama, ja formaldehīds ir saistīts vai polimerizēts, piemēram, formaldehīda donoros. Ja rezultāts pārsniedz atļauto koncentrācijas maksimumu, tad jāizmanto šāda metode.

##### 1.3. Kvantitatīva noteikšana ar bisulfitu.

Izmantojot šo metodi, savienojumos saistītu vai polimerizētu formaldehīdu parasti neņem vērā. Tomēr noteic dažus nestabilus savienojumus (piemēram, heksametilēntetramīnu). Turklāt izmērīt sārmainību bufersķīduma klātbūtnē ir grūti.

#### 2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi kvantitatīvi noteikta brīva formaldehīda saturu paraugā izsaka masas procentos.

#### 3. PRINCIPS

##### 3.1. I daļa – kvalitatīva noteikšana

Formaldehīds sērskābes vidē Šifa reaģentu nokrāso rozā vai sarkanīgi violetu.

##### 3.2. II daļa – kvantitatīva noteikšana pēc pentān-2,4-diona

Formaldehīds amonija acetāta klātbūtnē reaģē ar pentān-2,4-dionu, veidojot 3,5-diacetil-1,4-dihidrolutidīnu. To ekstrahē ar butān-1-olu, un izmēra ekstrakta absorbciju 410 nm līmenī.

(\*) Sk. Norm ISO 5725

**3.3. III daļa – kvantitatīva noteikšana ar bisulfītu**

Formaldehīds skābā vidē 0°C reaģē ar sulfītu, veidojot savienojumu. Protonus, kas ir pārākumā, titrē ar nātrija hidroksīdu. Protonu patēriņš ir formaldehīda daudzuma aprēķina pamatā. Tukšā analīze bez sulfīta dod iespēju izmērīt vides skābumu vai sārmainību.

**4. REAĢENTI**

Visiem reaģentiem vajadzētu būt ar analītisku kvalitāti.

4.1. Ledus etiķskābe.

4.2. Bezūdens amonija acetāts.

4.3. Butān-1-ols.

4.4. Sērskābe, aptuveni 2 N.

4.5. Tikko sagatavots 0,1 M nātrija sulfīta šķīdums.

4.6. Šīfa reaģents: 100 mg fuksīna iesver vārglāzē un 80°C izšķīdina 75 ml ūdens.

Atzdesē, tad pievieno 2,5 g nātrija sulfīta heptahidrāta ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) un 1,5 ml koncentrētas sālsskābes ( $(d_4^{20} = 1,19) = 1,19$ ). Uzpilda līdz 100 ml.

(Pēc divām nedēļām šis reaģents nav izmantojams.)

4.7. Pentān-2,4-diona reaģents.

Mērkolbā ar 1000 ml ietilpību izšķīdina

150 g amonija acetāta (4.2. iedaļa),

2 ml pentān-2,4-diona (tikko sagatavota, destilēta pazeminātā spiedienā – tam nebūtu jāabsorbē pie 410 nm),

3 ml ledus etiķskābes (4.1. iedaļa).

Uzpilda ar ūdeni līdz 1000 ml (šķīduma pH: aptuveni 6,4).

Reaģentam jābūt svaigi sagatavotam.

4.8. Standarta sērskābes šķīdums, 0,1 N.

4.9. Standarta nātrija hidroksīda šķīdums, 0,1 N.

4.10. Joda šķīdums, 0,1 N.

4.11. Nātrija tiosulfāts, 0,1 N.

4.12. Formaldehīda rezerves šķīdums.

Ielej 5 g 37 līdz 40 % formaldehīda šķīduma 1000 ml mērkolbā un uzpilda līdz 1000 ml.

Šā šķīduma stiprumu noteic šādi: nolej 10,00 ml; pievieno 25,00 ml 0,1 N joda standartšķīduma (4.10. iedaļa) un 10 ml 1 N nātrija hidroksīda šķīduma.

Ļauj nostāties piecas minūtes.

Pievieno 11 ml 1 N HCl un 0,1 N joda standartšķīduma (4.10. iedaļa), kas ir pārākumā, titrē ar 0,1 N nātrija tiosulfāta šķīdumu (4.11. iedaļa), par indikatoru izmantojot cietes šķīdumu.

1 ml 0,1 N joda šķīduma (4.10. iedaļa) ir līdzvērtīgs 1,5 mg formaldehīda.

4.13. Formaldehīda standartšķīdums.

Ar pipeti iepilina 5,00 ml rezerves šķīduma (4.12. iedaļa) mērkolbā ar 100 ml ietilpību un uzpilda līdz 100 ml ar demineralizētu ūdeni.

Ar pipeti iepilina 5,00 ml rezerves šķīduma 500 ml mērkolbā un uzpilda līdz 100 ml ar demineralizētu ūdeni.

1 ml šā šķīduma satur apmēram 1 µg formaldehīda.

Precīzi aprēķina saturu.

4.14. Timolfaleīna šķīdums, 0,1 g uz 100 ml 50 % etanola.

4.15. Reaģenta standartšķīdums: tāds pats, kā aprakstīts 4.7. iedaļā, tomēr bez pentān-2,4-diona.

**5. IEKĀRTA**

5.1. Standarta laboratorijas iekārta.

5.2. Fāzu atdalīšanas filtrs, vatmaņpapīrs 1 PS (vai līdzvērtīgs).

5.3. Centrifūga.

- 5.4. Spektrofotometrs.
- 5.5. Stikla kivetes ar optiskā ceļa garumu 1 cm.
- 5.6. Potenciometrs ar pašrakstītāju.
- 5.7. Stikla/kalomela elektrodi (ieteicams izmantot īpašus zemas temperatūras elektrodus).

## 6. PROCEDŪRA

### 6.1. Kvalitatīva noteikšana

- 6.1.1. Iesver 2 g analizējamā parauga vārglāzē.
- 6.1.2. Piepilina divus pilienus 2 n sērskābes (4.4. iedaļa) un 2 ml Šifa reaģenta (4.6. iedaļa) (šim reaģentam izmantošanas laikā jābūt pilnīgi bezkrāsainam).

Sakrata un atstāj uz piecām minūtēm.

- 6.1.3. Ja šajās piecās minūtēs novēro rozā vai sarkanīgi violetu krāsojumu, tad formaldehīda pārkums ir 0,01 % un tas jānoteic kvantitatīvi, veicot 6.2. iedaļā aprakstīto procedūru un vajadzības gadījumā 6.3. iedaļā aprakstīto procedūru.

### 6.2. Kvantitatīva noteikšana pentān-2,4-diona kolorimetrijā

#### 6.2.1. Parauga šķīdums

- 6.2.1.1. Iesver 100 ml mērkolbā līdz 0,001 g (m gramos) analizējamā parauga, kas atbilst iepriekš pieņemtam aptuvenam 150 mikrogramu formaldehīda daudzumam.

- 6.2.1.2. Uzpilda ar demineralizētu ūdeni līdz 100 ml un samaisa.

- 6.2.1.3. Ērlenmeijera kolbā ar 50 ml ietilpību pievieno

10,00 ml šķīduma, kas norādīts 6.2.1.2. iedaļā,

5,00 ml pentān-2,4-diona reaģenta (4.7. iedaļa),

demineralizētu ūdeni līdz galīgajam 30 ml tilpumam.

#### 6.2.2. Standartsķīdums

Ar šo standartšķīdumu analizējamā paraugā novērš iespējamu traucējošu fona krāsas iedarbību.

Ērlenmeijera 50 ml kolbā pievieno

10,00 ml šķīduma, kas norādīts 6.2.1.2. iedaļā,

5,00 ml reaģenta standartšķīduma (4.15. iedaļa),

demineralizētu ūdeni līdz galīgajam 30 ml tilpumam.

#### 6.2.3. Tukšais šķīdums

Ērlenmeijera 50 ml kolbā pievieno

5,00 ml pentān-2,4-diona reaģenta (4.7. iedaļa),

papildina ar demineralizētu ūdeni līdz 30 ml.

#### 6.2.4. Kvantitatīva noteikšana

- 6.2.4.1. Kolbas, kas norādītas 6.2.1.3., 6.2.2. un 6.2.3. iedaļā, sakrata un tieši uz 10 minūtēm iegremdē ūdens vannā 60°C. Ļauj atdzist divas minūtes vannā ar ledus ūdeni.

- 6.2.4.2. Pārnes uz 50 ml dalāmajām piltuvēm, kurās ir 10,00 ml butān-1-ola (4.3. iedaļa). Katru kolbu izskalo ar 3 līdz 5 ml ūdens un saskalojumus pievieno piltuvju saturam. Tieši 30 sekundes maisījumu stipri krata. Ļauj tam sadalīties.
- 6.2.4.3. Iefiltrē kivetēs caur fāzu atdalīšanas filtru. Centrifugēt (5000 apgr./min. piecas minūtes) nav tik lietderīgi un ir ilgāk.
- 6.2.4.4. Izmēra 6.2.1.3. iedaļā norādītā parauga šķīduma ekstrakta optisko blīvumu  $A_1$  410 nm līmenī un salīdzina ar standartšķīduma (6.2.2. iedaļa) optisko blīvumu.
- 6.2.4.5. Līdzīgi izmēra tukšā šķīduma ekstraktu (6.2.3. iedaļa) un salīdzina ar butān-1-olu ( $A_2$ ).

*Piezīme*

Visas šīs darbības jāveic 25 minūtēs, skaitot no brīža, kad Ērlenmeijera kolbas ieliek ūdens vannā 60°C.

6.2.5. *Kalibrēšanas līkne*

6.2.5.1. Ērlenmeijera 50 ml kolbā ielej

5,00 ml standartšķīduma (4.13. iedaļa),

5,00 ml pentān-2,4-diona reaģenta (4.7. iedaļa),

uzpilda līdz 30 ml ar demineralizētu ūdeni.

6.2.5.2. Turpina, kā aprakstīts 6.2.4.5. iedaļā, izmēra optisko blīvumu attiecībā pret butān-1-olu (4.3. iedaļa).

6.2.5.3. Atkārtu procedūru ar 10, 15, 20 un 25 ml standartšķīduma.

6.2.5.4. Nullpunkta vērtību iegūst, kā aprakstīts 6.2.4.5. iedaļā.

6.2.5.5. Kalibrēšanas līkni konstruē, atņemot nullpunkta vērtību (6.2.4.5. iedaļa) no katra optiskā blīvuma, kas iegūts saskaņā ar 6.2.5.2. un 6.2.5.3. iedaļu. Bēra likums ir spēkā, ja formaldehīds nepārsniedz 30?g.

6.3. **Kvantitatīva noteikšana ar bisulfitu**

6.3.1. *Analizējamā parauga sagatavošana*

6.3.1.1. Analīzei:

nosvērtā vārglāzē ar 0,001 g precizitāti iesver analizējamā parauga daudzumu (m grami), kas atbilst iepriekš pieņemtam formaldehīda daudzumam no 3 līdz 20 mg.

6.3.1.2. Kontrolmērījumam:

līdzīgi nosver kontrolmērījuma paraugu (m grami).

6.3.2. *Kvantitatīva noteikšana*

6.3.2.1. Liek 50,00 ml 0,1 M nātrija sulfīta (4.5. iedaļa) 100 ml vārglāzē un pievieno 10,00 ml 0,1 n sērskābes (4.8. iedaļa). Sakrata.

6.3.2.2. Iegremdē vārglāzi ledus un sāls maisījumā, lai to uzturētu + 2°C temperatūrā. Ielej analizējamo paraugu (6.3.1.1. iedaļa)

6.3.2.3. Ātri titrē potenciometriski ar 0,1 n nātrija hidroksīdu (4.9. iedaļa), nepārtraukti kratot un uzturot temperatūru no + 2 līdz + 4°C (neitrālais punkts ir starp pH 9 un 11). Paņemtā 0,1 N nātrija hidroksīda (4.9. iedaļa) tilpums ir  $V_1$ .

6.3.3. *Tukšā analīze*

Titrē šķīdumu, kas sagatavots papildus, kā noteikts 6.3.2.1. iedaļā, tādos apstākļos, kā aprakstīts 6.3.2. iedaļā.

Paņemtā 0,1 N nātrija hidroksīda (4.9. iedaļa) tilpums ir  $V_2$ .

6.3.4. *Kontrolmērījums*

Potenciometriski titrējot ar 0,1 N nātrija hidroksīdu (4.9. iedaļa) vai 0,1 n sērskābi (4.8. iedaļa), noteic parauga skābumu vai sārmainību analizējamā paraugā  $m$  "V" ir 0,1 n nātrija hidroksīda vai sērskābes 0,1 N tilpums.

6.3.5. *Piezīmes*

Svarīgi, lai tiktu ievēroti analīzes nosacījumi.

Kvantitatīvo noteikšanu var izdarīt, par indikatoru izmantojot timolftaleīnu (4.14. iedaļa).

## 7. REZULTĀTU PREZENTĀCIJA

7.1. **Aprēķins kolorimetriskajai metodei**

7.1.1. Atņemo  $A_2$  no  $A_1$  un nolasa no kalibrēšanas līknes (6.2.5.5. iedaļa) formaldehīda daudzumu  $C$  mikrogramos analizējamā šķīdumā (6.2.3.1. iedaļa).

7.1.2. Parauga formaldehīda saturu masas procentos (% m/m) aprēķina pēc šādas formulas:

$$\text{formaldehīda saturs \%} = \frac{C}{10^3 \times m}$$

7.2. **Aprēķins, izmantojot bisulfīta titrēšanas metodi**

Kontrolmērījumam ņemto 0,1 N nātrija hidroksīda (4.9. iedaļa) vai 0,1 N sērskābes (4.8. iedaļa) tilpumu attiecina pret masu  $m$ :

$$v = \frac{v' \cdot m}{m'}$$

Neitrālam kosmētikas līdzeklim  $V$  ir nulle.

7.2.1. Skābam kosmētikas līdzeklim

$$\text{formaldehīda saturs \%} = \frac{0,30 (V_2 - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. Sārmainam kosmētikas līdzeklim

$$\text{formaldehīda saturs \%} = \frac{0,30 (V_2 - V_1 - v)}{m}$$

7.3. **Piezīme**

Ja šo divu metožu rezultāti atšķiras, tad ņem vērā mazāko.

## 8. ATKĀRTOJAMĪBA (\*)

Ja formaldehīda saturs kosmētikas līdzeklī ir 0,2 %, tad no viena parauga divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,005 %, izmantojot kolorimetrisko metodi, un 0,05 %, izmantojot bisulfīta metodi.

(\*) Sk. Norm ISO 5725

## V. REZORCĪNA KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA ŠAMPŪNOS UN MATU LOSJONOS

## 1. MĒRĶIS UN JOMA

Ar šo metodi gāzu hromatogrāfijā kvantitatīvi noteic rezorcīnu šampūnos un matu losjonos. Metode izmantojama paraugiem ar koncentrāciju no 0,1 līdz 2,0 masas %.

## 2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi kvantitatīvi noteiktā rezorcīna saturu paraugā izsaka masas procentos.

## 3. PRINCIPS

Rezorcīnu un 3,5-dihidroksitoluolu, (5-metilrezorcīns), kas pievienots kā iekšējais standarts, atdala no parauga plānslāņa hromatogrāfijā. Abus savienojumus izolē, noskrāpējot to plankumus no plānslāņu plates un ekstrahējot ar metanolu. Beidzot ekstrahētos savienojumus izžāvē, sililē un kvantitatīvi noteic gāzu hromatogrāfijā.

## 4. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

4.1. Sālsskābe, 25 % (m/m).

4.2. Metanols.

4.3. Etanols, 96 % (V/V).

4.4. Izmantošanai gatavas silikagela TLC loksnes (plastikas vai alumīnija) ar fluorescentu indikatoru. Deaktivē šādi: apsmidzina parastās iepriekš pārklātās silīcija oksīda loksnes ar ūdeni, līdz izveidojas glazūrveida pārklājums. Apsmidzinātajām platēm ļauj žūt gaisā istabas temperatūrā vienu līdz trīs stundas.

*Piezīme*

Ja plates nav deaktivētas, neatgriezeniska adsorbēcija silīcija oksīdā var radīt rezorcīna zudumus.

4.5. Attīstošais šķīdinātājs: acetons – hloroforms – etiķskābe (20: 75: 5 tilp.v.).

4.6. Rezorcīna standartšķīdums: izšķīdina 400 mg rezorcīna 100 ml 96 % etanola (4.3. iedaļa) (1ml atbilst 4 000 µg rezorcīna).

4.7. Iekšējais standartšķīdums: izšķīdina 400 mg 3,5-dihidroksitoluola (DHT) 100 ml 96 % etanola (4.3. iedaļa) (1 ml atbilst 4000 µg DHT).

4.8. Standartmaisījums: samaisa 10 ml šķīduma, kas norādīts 4.6. iedaļā, un 10 ml šķīduma, kurš norādīts 4.7. iedaļā, 100 ml mērkolbā, uzpilda līdz zīmei ar 96 % etanolu (4.3. iedaļa) un samaisa (1 ml atbilst 400 µg rezorcīna un 400 µg DHT).

4.9. Sililējošie aģenti.

4.9.1. N,O-bis-(trimetilsilil)trifluoracetamīds (BSTFA).

4.9.2. Heksametildisilazāns (HMDS).

- 4.9.3. Trimetilhlorosilāns (TMCS).
5. IEKĀRTA
- 5.1. Standarta plānslāņu un gāzu hromatogrāfijas iekārta.
- 5.2. Stikla trauki.
6. PROCEDŪRA
- 6.1. **Parauga sagatavošana**
- 6.1.1. Precīzi iesver 150 ml vārglāzē analizējamo kosmētikas līdzekļa daudzumu (m grami), kas satur aptuveni 20 līdz 50 mg rezorcīna.
- 6.1.2. Skābina ar sāļsskābi (4.1. iedaļa), līdz maisījums ir skābs (vajadzīgi aptuveni 2 līdz 4 ml), pievieno 10 ml (40 mg DHT) iekšējā standartšķīduma (4.7. iedaļa) un samaisa. Pārnes uz 100 ml mērkolbu ar etanolu (4.3. iedaļa), uzpilda līdz zīmei ar etanolu un samaisa.
- 6.1.3. Apmēram 8 cm garā nepārtrauktā līnijā klāj 250 µl šķīduma (6.1.2. iedaļa) uz deaktivētas silīcija oksīda loksnes (4.4. iedaļa). Līniju veido pēc iespējas šauru.
- 6.1.4. Tāpat (6.1.3. iedaļa) uz tās pašas plates klāj 250 µl standartmaisījuma (4.8. iedaļa).
- 6.1.5. Divos punktos uz starta līnijas liek 5 µl no katra šķīduma, kas norādīts 4.6. un 4.7. iedaļā, lai pēc attīstīšanas atvieglotu lokalizāciju.
- 6.1.6. Attīsta plati nepiesātinātā kamerā, kas piepildīta ar attīstošo šķīdinātāju, kurš norādīts 4.5. iedaļā, līdz šķīdinātāja fronte ir sasniegusi līniju, kas atrodas 12 cm no starta līnijas; parasti tam vajadzīgas 45 minūtes. Nožāvē plati un UV gaismā (254 nm) noteic rezorcīna/DHT zonu. Abiem savienojumiem ir aptuveni vienāda  $R_f$  vērtība. Ar zīmuli apvelk 2 mm attālumā no ārējās tumšās robežlīnijas. Atdala šīs zonas un katras vielas sorbentu atsevišķi savāc 10 ml pudelē.
- 6.1.7. Atšķirīgi ekstrahē sorbentu, kas satur paraugu un sorbentu, kurš satur standartmaisījumu:  
pievieno 2 ml metanola (4.2. iedaļa) un, nepārtraukti maisot, ekstrahē vienu stundu. Izfiltrē maisījumu un atkārtu ekstrakciju vēl 15 minūtes ar 2 ml metanola.
- 6.1.8. Apvieno ekstraktus un nakti tvaicē vakuuma eksikatorā, kas pildīts ar piemērotu žāvējošu vielu. Nesilda.
- 6.1.9. Sililē atlikumus (6.1.8. iedaļa), kā norādīts 6.1.9.1. vai 6.1.9.2. iedaļā.
- 6.1.9.1. Ar mikrošļirci pievieno 200 µl BSTFA (4.9.1. iedaļa) un atstāj maisījumu slēgtā traukā uz 12 stundām istabas temperatūrā.
- 6.1.9.2. Ar mikrošļirci secīgi pievieno 200 µl HMDS (4.9.2. iedaļa) un 100 µl TMCS (4.9.3. iedaļa) un slēgtā traukā karsē maisījumu 30 minūtes 60°C temperatūrā. Maisījumu atdzesē.
- 6.2. **Gāzu hromatogrāfija**
- 6.2.1. *Hromatogrāfijas nosacījumi*
- Kolonai jānodrošina izšķirtspēja R, kas ir vienāda ar 1,5 vai labāka, ja
- $$R = \frac{2 d' (r_2 - r_1)}{w_1 + w_2},$$
- kur:
- $r_1$  un  $r_2$  = divu pīķu izdalīšanas laiki minūtēs,
- $w_1$  un  $w_2$  = to pašu pīķu platumi pusaugstumā mm,
- $d'$  = pašrakstītāja ātrums mm minūtē.



Par piemērotiem uzskata šādus kolonnas un gāzu hromatogrāfijas nosacījumus:

Kolonna	Materiāls	Nerūsējošs tērauds
	- garums	200 cm
	- iekšējais diametrs	~ 3 mm
	Pildījums	10 % OV 17 uz <i>Chromosorb WAW</i> ar daļiņu izmēru no 100 līdz 120

Liesmas jonizācijas detektors

Temperatūras

Kolonna	185°C (izotermiska)
Detektors	250°C
Inžektors	250°C
Nesējgāze	Slāpekļis
Plūsma	45 ml/min

Ūdeņraža un gaisa plūsmu ieregulē pēc ražotāja norādījumiem.

- 6.2.2. Ievada 1 līdz 3  $\mu$ l šķīdumu, ko iegūst gāzu hromatogrāfijā saskaņā ar 6.1.9. iedaļu. Katru šķīdumu (6.1.9. iedaļa) ievada piecas reizes, izmēra pīķu laukumus, aprēķina vidējo un aprēķina pīķu laukumu attiecību:  $S = \text{rezorcīna pīķu laukums/DHT pīķu laukums}$ .

## 7. APRĒĶINS

Rezorcīna koncentrācija paraugā, kas izteikta masas procentos (% m/m), aprēķina pēc formulas:

$$\% \text{ rezorcīna} = \frac{4}{M} \times \frac{S_{\text{parauga}}}{S_{\text{standartmaisījuma}}},$$

kur:

$M$  = parauga daudzums gramos (6.1.1. iedaļa),

$S_{\text{parauga}}$  = parauga šķīduma vidējā pīķu laukuma attiecība saskaņā ar 6.2.2. iedaļu,

$S_{\text{standartmaisījuma}}$  = standartmaisījuma vidējā laukumu attiecība saskaņā ar 6.2.2. iedaļu.

## 8. ATKĀRTOJAMĪBA (\*)

No viena parauga ar aptuveni 0,5 % rezorcīna saturu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,025 % vērtību.

## VI. METANOLA KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA ATTIECĪBĀ PRET ETANOLU VAI PROPĀN-2-OLU

### 1. MĒRĶIS UN JOMA

Ar šo metodi gāzu hromatogrāfijā noteic metanolu visu veidu kosmētikas līdzekļos (tostarp aerosolos).

Var noteikt procentuālo koncentrāciju no 0 līdz 10 %.

### 2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi noteikto metanola saturu izsaka metanola masas procentos attiecībā pret etanolu vai propān-2-olu.

### 3. PRINCIPS

Kvantitatīvo noteikšanu veic gāzu hromatogrāfijā.

(\*) Sk. Norm ISO 5725

## 4. REAĢENTI

Izmanto analītiskas kvalitātes reaģentus.

## 4.1. Metanols.

## 4.2. Absolūtais spirts.

## 4.3. Propān-2-ols.

## 4.4. Hloroforms, no kura ar ūdeni atmazgāti spirti.

## 5. IEKĀRTA

## 5.1. Gāzu hromatogrāfs:

ar katarometru aerosolu paraugiem,

ar liesmas jonizācijas detektoru paraugiem, kas nav aerosoli.

## 5.2. Mērkolbas, 100 ml.

## 5.3. Pipetes, 2 ml, 20 ml, no 0 līdz 1 ml.

## 5.4. Mikrošļircis no 0 līdz 100 µl un no 0 līdz 5 µl

un (tikai aerosolu paraugiem) īpaša hermētiska šļirce ar ventili (skat. paraugu ņemšanas procedūru 5. attēlā <sup>(1)</sup>).

## 6. PROCEDŪRA

6.1. **Parauga sagatavošana**

6.1.1. Aerosolu paraugus ņem saskaņā ar Komisijas 1980. gada 22. decembra Direktīvas 80/1335/EEK <sup>(1)</sup> pielikuma II nodaļu un pēc tam analizē gāzu hromatogrāfijā ar 6.2.1. iedaļā precizētajiem nosacījumiem.

6.1.2. To kosmētikas līdzekļu paraugus, kuri nav aerosoli, ņem saskaņā ar iepriekšminēto II nodaļu un atšķaida ar ūdeni, lai etanola vai propān-2-ola koncentrācija būtu 1 līdz 2 %, un pēc tam analizē gāzu hromatogrāfijā ar 6.2.2. iedaļā precizētajiem nosacījumiem.

6.2. **Gāzu hromatogrāfija**

6.2.1. Aerosolu paraugu analīzei izmanto katarometru.

6.2.1.1. Kolonnu pilda ar 10 % *Hallcomid M18* uz *Chromosorb WAW* ar daļiņu lielumu no 100 līdz 200.

6.2.1.2. Kolonnai jānodrošina izšķirtspēja R, kas vienāda ar 1,5 vai labāka, ja

$$R = 2 \frac{d' r_2 - d' r_1}{w_1 + w_2},$$

kur:

$r_1$  un  $r_2$  = divu pīķu izdalīšanas laiki minūtēs,

$w_1$  un  $w_2$  = to pašu pīķu platumi pusaugstumā mm,

$d'$  = pašrakstītāja ātrums mm minūtē.

6.2.1.3. Šo izšķirtspēju ļauj nodrošināt šādi nosacījumi

Kolonna	Materiāls	Nerūsējošs tērauds
	Garums	3,5 metri
	Diametrs	3 mm
Katarometra strāva		150 mA

<sup>(1)</sup> OV L 383, 31.12.1980., 27. lpp.

Nesējgāze	Hēlijs
Spiediens	2,5 bāri
Plūsma	45 ml/min.
Temperatūra	
Inžektors	150°C
Detektors	150°C
Kolonnas kamera	65°C

Pīķu laukumu mērījumus var uzlabot, elektroniski integrējot

#### 6.2.2. Paraugiem, kas nav aerosoli

6.2.2.1. kolonnu pilda ar *Chromosorb 105* vai *Porapak QS* un izmanto liesmas jonizācijas detektoru;

6.2.2.2. kolonnai jānodrošina izšķirtspēja R, kas ir vienāda ar 1,5 vai labāka, ja kur:

$$R = 2 \frac{d' r_2 - d' r_1}{w_1 + w_2},$$

$r_1$  un  $r_2$  = divu pīķu izdalīšanas laiki minūtēs,

$w_1$  un  $w_2$  = to pašu pīķu platumi pusaugstumā mm,

$d''$  = pašrakstītāja ātrums mm minūtē.

#### 6.2.2.3. Šo izšķirtspēju nodrošina šādi nosacījumi

Kolonna	Materiāls	Nerūsējošs tērauds
	Garums	2 metri
	Diametrs	3 mm
Elektrometra jutība		$8 \times 10^{-10}$ A
Gāzes		
Nesējgāze		Slāpekļis
Spiediens		2,1 bārs
Plūsma		40 ml/min.
Palīgģāze		Ūdeņradis
Spiediens		1,5 bāri
Plūsma		20 ml/min.
Temperatūra		
Inžektors		150°C
Detektors		230°C
Kolonnas kamera		120 līdz 130°C

## 7. STANDARTA GRAFIKS

7.1. Gāzu hromatogrāfijai, kā paredzēts 6.2.1. iedaļā (*Hallcomid M18* kolonna), izmanto šādus standartmaisījumus. Sagatavo šos maisījumus, mērot ar pipetēm, tomēr precīzo daudzumu noteic, sverot pipeti vai kolbu pēc katras pievienošanas

Procentuālā koncentrācija (m/m %)	Metanols (ml)	Etanols vai propān-2-ols (ml)	Hloroforms, ko pievieno šādam tilpumam
aptuveni 2,5 %	0,5	20	100 ml
aptuveni 5,0 %	1,0	20	100 ml
aptuveni 7,5 %	1,5	20	100 ml
aptuveni 10,0 %	2,0	20	100 ml

Ievada 2 līdz 3  $\mu$ l hromatogrāfā saskaņā ar 6.2.1. iedaļas nosacījumiem.

Aprēķina katra maisījuma pīķu laukumu attiecību (metanols/etanols) vai (metanols/propān-2-ols). Uzzīmē standarta grafiku, kur

uz x ass % atliek metanola attiecību pret etanolu vai propān-2-olu,

uz y ass atliek pīķu laukumu attiecību (metanols/etanols) vai (metanols/propān-2-ols).

- 7.2. Gāzu hromatogrāfijai, kā paredzēts 6.2.2. iedaļā (*Porapak QS* vai *Chromosorb 105*), izmanto šādus standartmaisījumus. Sagatavo šos maisījumus, mērot ar mikrošķirci un pipeti, tomēr precīzo daudzumu noteic, sverot pipeti vai kolbu tūlīt pēc katras pievienošanas.

Procentuālā koncentrācija (m/m %)	Metanols (μl)	Etanols vai propān-2-ols (ml)	Ūdens, ko pievieno šādam tilpumam
aptuveni 2,5 %	50	2	100 ml
aptuveni 5,0 %	100	2	100 ml
aptuveni 7,5 %	150	2	100 ml
aptuveni 10,0 %	200	2	100 ml

Ievada 2 līdz 3 μl hromatografā saskaņā ar 6.2.2. iedaļas nosacījumiem.

Aprēķina katra maisījuma pīķu laukumu attiecību (metanols/etanols) vai (metanols/propān-2-ols). Uzzīmē standarta grafiku, kur:

uz x ass % atliek metanola attiecību pret etanolu vai propān-2-olu,

uz y ass atliek pīķu laukumu attiecību (metanols/etanols) vai (metanols/propān-2-ols).

- 7.3. Standarta grafikam jābūt taisnei.

8. ATKĀRTOJAMĪBA (\*)

No viena parauga ar aptuveni 5 % metanola saturu attiecībā pret etanolu vai propān-2-olu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt 0,25 %.

(\*) Sk. Norm ISO 5725