

31985L0490

L 295/30

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

7.11.1985

CZWARTA DYREKTYWA KOMISJI**z dnia 11 października 1985 r.****w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych**

(85/490/EWG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Europejską Wspólnotę Gospodarczą,

uwzględniając dyrektywę Rady 76/768/EWG z dnia 27 lipca 1976 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do produktów kosmetycznych⁽¹⁾, ostatnio zmienioną dyrektywą 85/391/EWG⁽²⁾, w szczególności jej art. 8 ust. 1,

a także mając na uwadze, co następuje:

dyrektywa 76/768/EWG ustanawia urzędowe kontrole produktów kosmetycznych mające na celu sprawdzenie, czy przestrzegane są przepisy wspólnotowe dotyczące składu produktów kosmetycznych;

w związku z tym muszą zostać ustalone, tak szybko jak to jest możliwe, wszelkie niezbędne metody analizy; następnie wraz z ustaleniem różnorodnych metod w dyrektywach Komisji 80/1335/EWG⁽³⁾, 82/434/EWG⁽⁴⁾ i 83/514/EWG⁽⁵⁾ zostały osiągnięte na tej drodze trzy etapy; ustalenie tych metod w celu identyfikowania i ilościowego oznaczania zawartości 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu, ilościowego oznaczania zawartości chlorobutanolu, identyfikowania i ilościowego oznaczania zawartości chininy, w celu identyfikowania i ilościowego oznaczania zawartości nieorganicznych siarczanów i dwusiarczanów, w celu identyfikowania i ilościowego oznaczania zawartości chloranów alkalicznych, identyfikowania i ilościowego oznaczania jodanu sodu – oznacza czwarty krok w tym kierunku;

środki przewidziane w niniejszym rozporządzeniu są zgodne z opinią Komitetu ds. dostosowania rozporządzenia (EWG) nr 76/768 do postępu technicznego,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

Państwa Członkowskie podejmą wszelkie niezbędne środki, aby podczas urzędowych kontroli produktów kosmetycznych:

- identyfikowanie i ilościowe oznaczanie zawartości 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu,
- ilościowe oznaczanie zawartości chlorobutanolu,
- identyfikowanie i ilościowe oznaczanie zawartości chininy,
- identyfikowanie i ilościowe oznaczanie zawartości nieorganicznych siarczanów i dwusiarczanów,
- identyfikowanie i ilościowe oznaczanie zawartości chloranów alkalicznych,
- identyfikowanie i ilościowe oznaczanie zawartości jodanu sodu

odbywało się zgodnie z metodami opisanymi w Załączniku.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie wprowadzą w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne konieczne do wykonania niniejszej dyrektywy przed dniem 31 grudnia 1986 r.

Niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

Artykuł 3

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 11 października 1985 r.

W imieniu Komisji

Stanley CLINTON-DAVIS

Członek Komisji

⁽¹⁾ Dz.U. L 262 z 27.9.1976, str. 169.⁽²⁾ Dz.U. L 224 z 22.8.1985, str. 40.⁽³⁾ Dz.U. L 383 z 31.12.1980, str. 27.⁽⁴⁾ Dz.U. L 185 z 30.6.1982, str. 1.⁽⁵⁾ Dz.U. L 291 z 24.10.1983, str. 9.

ZAŁĄCZNIK

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI 1-(4-AMINOBEZOEANU) GLICEROLU

A. IDENTYFIKOWANIE

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metodę stosuje się do wykrywania 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu (INCI: *glicerylpa*). Można tą metodą wykrywać również 4-aminobenzoesan etylu (INN: *benzocaine*), który może występować jako zanieczyszczenie.

2. ZASADA

Identyfikowanie przeprowadza się metodą chromatografii cienkowarstwowej na żelu krzemionkowym ze wskaźnikiem fluorescencyjnym i wykrywanie wolnej pierwszorzędowej grupy aminowej poprzez pojawienie się plamy barwnika dwufazowego na płycie.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

3.1. Mieszanina rozpuszczalników: cykloheksan/propan-2-ol/stabilizowany dichlorometan (48:64:9 obj).

3.2. Rozpuszczalnik rozwijający: eter naftowy (40-60)/benzen/aceton/roztwór wodorotlenku amonu (co najmniej 25 % NH₃) (35:35:35:1 obj).3.3. Roztwór wywołujący: a) azotan (III) sodu: 1 g w 100 ml i 1 M kwasu chlorowodorowego (przygotowany bezpośrednio przed użyciem);
b) 2-naftol: 0,2 g w 100 ml 1 M wodorotlenku potasu.

3.4. Roztwory standardowe:

1-(4-aminobenzoesan) glicerolu: 0,05 g w 100 ml mieszaniny rozpuszczalników 3.1.,

4-aminobenzoesan etylu: 0,05 g w 100 ml mieszaniny rozpuszczalników 3.1.

3.5. Płytki z żelem krzemionkowym 60 F254, grubość 0,25 mm, 200 × 200 mm.

4. APARATURA

4.1. Zwykła aparatura do chromatografii cienkowarstwowej.

4.2. Wibrator ultradźwiękowy.

4.3. Filtr z wkładem mikroporowatym F H 0,5 µm lub równoważny.

5. PROCEDURA

5.1. Przygotowanie próbek

W 10-mililitrowej kolbie miarowej z korkiem zważyć 1,5 g analizowanego wyrobu. Uzupełnić rozpuszczalnikiem 3.1 do kreski. Zamknąć i pozostawić na okres jednej godziny w temperaturze pokojowej w łaźni ultradźwiękowej (4.2). Przesączyć przez filtr Milipore (4.3) i używać filtratu do analizy chromatograficznej.

5.2. Chromatografia cienkowarstwowa

Nanieść po 10 µl roztworu próbki (5.1) i wszystkich roztworów standardowych (3.4) na płytkę (3.5).

Rozwijać chromatogram do wysokości 150 mm w komorze uprzednio wysycanej rozpuszczalnikiem 3.2. Pozostawić płytkę do wysuszenia w temperaturze otoczenia.

5.3. Rozwijanie

5.3.1. Obserwować płytkę w świetle UV przy długości fali 254 nm.

5.3.2. Spryskać całkowicie wysuszoną płytkę roztworem 3.3 a).

Pozostawić do wysuszenia w temperaturze otoczenia w ciągu 1 minuty i niezwłocznie spryskać roztworem 3.3 b).

Wysuszyć płytkę w suszarce w temperaturze 60 °C. Plamy aminobenzoesanów pojawiają się w kolorze pomarańczowym. Czasy retencji: 1-(4-aminobenzoesan) glicerolu $R_{F} = 0,07$; 4-aminobenzoesan etylu $R_{F} = 0,55$.

B. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI

1. PRZEDMIOT I ZAKRES

Metoda ta określa oznaczanie zawartości 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu. Może ona również być stosowana do oznaczania zawartości 4-aminobenzoesanu etylu. Nie można oznaczać większego stężenia niż 5 % masowych 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu i 1 % masowy 4-aminobenzoesanu etylu.

2. DEFINICJA

Zawartości 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu i 4-aminobenzoesanu etylu dozowane tą metodą są wyrażane w procentach masowych (% m/m) wyrobu.

3. ZASADA

Analizowany wyrób jest zawieszony w metanolu i po odpowiedniej obróbce próbki oznaczenie prowadzone jest metodą wysoko sprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być o czystości analitycznej, a tam gdzie to konieczne, odpowiadać HPLC.

4.1. Metanol.

4.2. Diwodoroortofosforan (V) potasu (KH_2PO_4).4.3. 2-hydrat octanu cynku (II) ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$).4.4. Kwas octowy, $d \frac{20}{4} = 1,05$.4.5. 3-hydrat heksacyjanożelazianu (II) (żelazocyjanku) tetrapotasu ($\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6) \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$).

4.6. 4-hydroksybenzoesan etylu.

4.7. 1-(4-aminobenzoesan) glicerolu.

4.8. 4-aminobenzoesan etylu.

4.9. Roztwór buforu fosforanowego (0,02 M): rozpuścić 2,72 g diwodoroortofosforanu (V) potasu (4.2) w jednym litrze wody.

4.10. Roztwór wymywający: roztwór buforu fosforanowego (4.9)/metanol (4.1) (61:39 obj).

Skład fazy ruchomej można zmieniać w celu uzyskania współczynnika rozdzielania $R \geq 1,5$ o wzorze:

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

gdzie

R_1 i R_2 = czasy retencji pików, w minutach,

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości, w milimetrach.

d' = szybkość przesuwu papieru, w milimetrach na minutę.

4.11. Bazowy roztwór 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu: zważyć dokładnie około 40 mg 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu i umieścić w 100-mililitrowej kolbie miarowej. Rozpuścić w 40 ml metanolu (4.1). Uzupełnić do kreski roztworem buforowym (4.9) i wymieszać.

4.12. Bazowy roztwór 4-aminobenzoesanu etylu: zważyć dokładnie około 40 mg 4-aminobenzoesanu etylu i umieścić w 100-mililitrowej kolbie miarowej, rozpuścić w 40 ml metanolu (4.1), uzupełnić do kreski roztworem buforowym i wymieszać.

4.13. Roztwór wewnętrznego standardu: zważyć dokładnie około 50 mg 4-hydroksybenzoesanu etylu (4.6), przenieść do 100-mililitrowej kolby miarowej, rozpuścić w 40 ml metanolu (4.1), uzupełnić do kreski roztworem buforowym (4.9) i wymieszać.

4.14. Roztwory standardowe: przygotować cztery roztwory standardowe przez rozpuszczenie w 100 ml eluentu (4.10) odpowiednich związków zgodnie z następującą tabelą:

Roztwór standardowy	1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu		4-aminobenzoesan etylu		4-hydroksybenzoesan etylu	
	($\mu\text{g}/\text{ml}$) (*)	ml (4.11)	($\mu\text{g}/\text{ml}$) (*)	ml (4.12)	($\mu\text{g}/\text{ml}$) (*)	ml (4.13)
I	8	2	8	2	50	10
II	16	4	12	3	50	10
III	24	6	16	4	50	10
IV	40	10	20	5	50	10

(*) Powyższe wartości wskazano jako orientacyjne, a odpowiadają one dokładnie masom podanym w pkt 4.11; 4.12 i 4.13.

Notabene: Roztwory te mogą być przygotowywane różnymi sposobami.

- 4.15. I roztwór Carreza: rozpuścić 26,5 g heksacyjanożelazianu (III) tetrapotasu (4.5) w wodzie i uzupełnić do 250 ml.
- 4.16. II roztwór Carreza: rozpuścić 54,9 octanu cynku (II) (4.3) i 7,5 ml kwasu octowego (4.4) w wodzie i uzupełnić do 250 ml.
- 4.17. Wypełnienie Merck Lichrosorb RP-18 lub równoważne o średnim rozmiarze cząstek 5 μm .
5. APARATURA
- 5.1. Zwykłe wyposażenie laboratoryjne.
- 5.2. Wyposażenie do wysoko sprawnej chromatografii cieczowej z detektorem UV ze zmienną długością fali i zestaw komór termostatowany w 45° C.
- 5.3. Kolumna ze stali nierdzewnej, długość: 250 mm, średnica wewnętrzna: 4,6 mm; wypełnienie: Lichrosorb RP-18 (4.17).
- 5.4. Łaźnia ultradźwiękowa.
6. PROCEDURA
- 6.1. **Przygotowanie próbki**
- 6.1.1. W 100-mililitrowej zlewce zważyć dokładnie około 1 g próbki i dodać 10 ml metanolu (4.1).
- 6.1.2. Umieścić zlewkę w łaźni ultradźwiękowej (5.4) na 20 minut w celu otrzymania suspensji. Przenieść ilościowo otrzymaną suspensję do 100-mililitrowej kolby miarowej, w której znajduje się nie więcej niż 75 ml roztworu wymywającego (4.10).
- Dodać kolejno po 1 ml roztworów Carreza (4.15 i 4.16) i wymieszać po każdym dodaniu. Uzupełnić do kreski eluentem (4.10), ponownie wymieszać i przesączyć przez karbowany sączonek bibułowy.
- 6.1.3. Przenieść pipetą 3,0 ml przesącza otrzymanego w pkt 6.1.2 i 5,0 ml roztworu standardu wewnętrznego (4.13) do 50-mililitrowej kolby miarowej. Uzupełnić do kreski roztworem wymywającym (4.10) i wymieszać. Stosować tak otrzymany roztwór do wykonania analizy chromatograficznej opisanej w pkt 6.2.
- 6.2. **Chromatografia**
- 6.2.1. Ustawić przepływ fazy ruchomej (4.10) na 1,2 ml/min temperaturę kolumny na 45° C.
- 6.2.2. Ustawić detektor (5.2) na długość fali 274 nm.
- 6.2.3. Wprowadzić mikrostrzykawką co najmniej dwukrotnie po 20 μl roztworu (6.1.3) do chromatografu i zmierzyć powierzchnię pików.
- 6.3. **Krzywa odwzorowania**
- 6.3.1. Wprowadzić kolejno po 20 μl wszystkich roztworów standardowych (4.14) i zmierzyć powierzchnię pików.
- 6.3.2. Dla każdego stężenia obliczyć stosunek między powierzchniami pików 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu i powierzchniami pików wewnętrznego standardu. Nanieść ten stosunek na osi odciętych, a na osi rzędnych stosunek odpowiednich mas.
- 6.3.3. W ten sam sposób postępować dla 4-hydroksybenzoesanu etylu.
7. OBLICZENIA
- 7.1. Z krzywej odwzorowania otrzymanej w pkt 6.3 odczytać stosunki mas (RP1, RP2) odpowiadające stosunkom między powierzchniami pików obliczonymi w pkt 6.2.3, gdzie:
- RP1 = stosunek: masa 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu/masa 4- hydroksybenzoesanu etylu.
- RP2 = stosunek: masa 4-aminobenzoesanu etylu/masa 4-hydroksybenzoesanu etylu.

- 7.2. Ze stosunków mas otrzymanych w ten sposób obliczyć zawartość 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu i 4-aminobenzoesanu etylu jako procenty masowe (% m/m) ze wzorów:

$$R_p \text{ \% (m/m) 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu} = RP1 \times \frac{q}{6 p}$$

$$R_p \text{ \% (m/m) 4-aminobenzoesanu etylu} = RP2 \times \frac{q}{6 p}$$

q = ilość 4-hydroksybenzoesanu etylu (wewnętrzny standard), w miligramach (4.12),

p = ilość próbki, w gramach 6.1.1.

8. POWTARZALNOŚĆ (°)
- 8.1. Dla zawartości 5 % (m/m) 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekroczyć 0,25 %.
- 8.2. Dla zawartości 1 % (m/m) 4-aminobenzoesanu etylu różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekroczyć 0,10 %.
9. UWAGI
- 9.1. Przed wykonaniem analizy należy sprawdzić, czy próbka nie zawiera substancji, których piki mogłyby się pokrywać częściowo z pikami wewnętrznego standardu (4-hydroksybenzoesanu etylu) na chromatogramie.
- 9.2. W celu sprawdzenia braku zakłóceń należy powtórzyć oznaczenie, zmieniając proporcje metanolu w fazie ruchomej odpowiednio o 10 %.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CHLOROBUTANOLU

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA
- Metoda jest odpowiednia do oznaczania zawartości chlorobutanolu (TNCI: *chlorobutanol*) w stężeniu maksymalnym do 0,5 % (m/m) w każdym kosmetyku z wyjątkiem aerozoli.
2. DEFINICJA
- Zawartość chlorobutanolu zmierzona tą metodą jest wyrażona w procentach masowych (% m/m) wyrobu.
3. ZASADA
- Po odpowiednim przygotowaniu analizowanego wyrobu oznaczenie wykonuje się metodą chromatografii gazowej, stosując 2,2,2-trichloroetanol jako wewnętrzny standard.
4. ODCZYNNIKI
- Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.
- 4.1. Chlorobutanol (1,1,1-trichloro-2-metylopropan-2-ol).
- 4.2. 2,2,2-trichloroetanol.
- 4.3. Etanol absolutny.
- 4.4. Roztwór standardowy chlorobutanolu: 0,025 g w 100 ml etanolu (4.3) (m/v).
- 4.5. Roztwór standardowy 2,2,2-trichloroetanolu: 4 mg w 100 ml etanolu (4.3) (m/v).
5. APARATURA
- 5.1. Zwykłe wyposażenie laboratoryjne.
- 5.2. Chromatograf gazowy z detektorem wychwytywym, Ni 63.
6. PROCEDURA
- 6.1. **Przygotowanie próbek**
- Zważyć dokładnie między 0,1 i 0,3 g próbki. Umieścić odważkę w 100-mililitrowej kolbie miarowej. Rozpuścić w etanolu (4.3), dodać 1 ml roztworu standardu wewnętrznego (4.5) i uzupełnić do kreski etanolem (4.3).

(°) Patrz norma ISO 5725.

6.2. Warunki chromatografii gazowej

6.2.1. Warunki działania muszą zapewnić współczynnik rozdziału $R \geq 1,5$ ze wzoru:

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

gdzie

R_1 i R_2 = czasy retencji pików, w minutach,

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości, w milimetrach,

d' = szybkość przesuwu papieru, w milimetrach na minutę.

6.2.2. Jako przykład podano następujące warunki działania zapewniające wymagany rozdział:

Kolumna	I	II
Materiał	Szkło	Stal nierdzewna
Długość	1,80 m	3 m
Średnica	3 mm	3 mm
Faza spoczynkowa	10 % Carbowax 20 M TPA na Gaschrom Q 80-100 mesh	5 % OV-17 na Chromosorb WAW DMCS 80-100 mesh
Konfekcjonowanie	2 do 3 dni w 190 °C	
Temperatura:		
- dozownik	200 °C	150 °C
- kolumna	150 °C	100 °C
- detektor	200 °C	150 °C
Gaz nośny	Azot	Argon/metan (95/5 v/v).
Przepływ	35 ml/min	35 ml/min

6.3. Krzywa standardowa

W pięciu 100-mililitrowych kolbach miarowych umieścić kolejno po 1 ml roztworu standardowego (4.5) i po 0,2, 0,3, 0,4, 0,5 i 0,6 ml roztworu otrzymanego w pkt 4.4, uzupełnić do kreski etanolem (4.3) i wymieszać. Wprowadzić strzykawką po 1 µl każdego z tych roztworów do chromatografu zgodnie z warunkami działania podanymi w pkt 6.2.2 i narysować krzywą odwzorowania nanosząc na osi odciętych stosunek masy chlorobutanolu do masy 2,2,2-trichloroetanolu, a na osi rzędnych stosunek odpowiednich powierzchni pików.

6.4. Wprowadzić strzykawką 1 ul roztworu otrzymanego w pkt 6.1 i postępować zgodnie z warunkami opisanymi w pkt 6.2.2.

7. OBLICZENIA

7.1. Z krzywej standardowej (6.3) obliczyć wielkość „a” wyrażoną jako µg chlorobutanolu w roztworze 6.1.

7.2. Zawartość chlorobutanolu w próbce oblicza się zgodnie z wzorem:

$$\% \text{ m/m chlorobutanolu} = \frac{a \times 10^2}{p \times 10^6} = \frac{a}{p \times 10^4}$$

8. POWTARZALNOŚĆ (1)

Dla zawartości chlorobutanolu 0,5 % (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,01 %.

Uwaga

Jeśli wynik jest równy maksymalnemu dopuszczalnemu stężeniu lub je przekracza, należy sprawdzić, czy nie występuje współoznaczanie składników.

(1) Patrz norma ISO 5725.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CHININY

A. IDENTYFIKOWANIE

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda jest przeznaczona do wykrywania obecności chininy (INCI: *quinine*) w szamponach i płynach do włosów.

2. ZASADA

Identyfikację przeprowadza się metodą chromatografii cienkowarstwowej na żelu krzemionkowym. Wykrywanie chininy polega na stwierdzeniu fluorescencji w kwaśnym środowisku przy 360 nm.

Dla dalszego potwierdzenia, fluoroescencję można eliminować oparami bromu, a opary amoniaku spowodują pojawienie się żółtawej fluorescencji.

3. ODCZYNNIKI:

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

3.1. Płytki z żelom krzemionkowym, bez wskaźników fluorescencji, o grubości 0,25 mm, 200 mm × 200 mm.

3.2. Rozpuszczalnik rozwijający: toluen/eter dietylowy/dichlorometan/dietyloamina: (20:20:20:8 obj).

3.3. Metanol.

3.4. Kwas siarkowy (VI), 96 %, $d \frac{20}{4} = 1,84$.

3.5. Eter dietylowy.

3.6. Środek rozwijający: dodać ostrożnie 5 ml kwasu siarkowego (VI) (3.4) do 95 ml eteru dietylowego (3.5) w chłodzonym pojemniku.

3.7. Brom.

3.8. Roztwór wodorotlenku amonu, 28 %, $d \frac{20}{4} = 0,90$.

3.9. Chinina bezwodna.

3.10. Roztwór standardowy: zważyć dokładnie około 100,0 mg bezwodnej chininy (3.9) w kolbie miarowej i rozpuścić w 100 ml metanolu (3.3).

4. APARATURA

4.1. Zwykłe wyposażenie do chromatografii cienkowarstwowej.

4.2. Łaźnia ultradźwiękowa.

4.3. Filtr miliporowy, FH 0,5 mi lub równoważny z odpowiednim wyposażeniem do sączenia.

5. PROCEDURA

5.1. Przygotowanie próbeki

Zważyć dokładnie ilość próbeki, która może zawierać w przybliżeniu 100 mg chininy w 100-mililitrowej kolbie miarowej, rozpuścić i uzupełnić do kreski metanolem (3.3).

Zamknąć kolbę i zostawić na jedną godzinę w temperaturze otoczenia w łaźni ultradźwiękowej (4.2). Przesączyć (4.3) i stosować przesącz do analizy chromatograficznej.

5.2. Chromatografia cienkowarstwowa

Nanieść po 1,0 µl roztworu standardowego (3.10) i 1,0 µl roztworu próbeki (5.1) na płytkę z żelom krzemionkowym (3.1). Rozwijać chromatogram na wysokość 150 mm z użyciem rozpuszczalnika 3.2 w komorze wysycanej uprzednio rozpuszczalnikami (3.2).

5.3. Rozwijanie

5.3.1. Suszyć płytkę w temperaturze otoczenia.

5.3.2. Spryskać płytkę odczynnikami 3.6.

5.3.3. Pozostawić płytkę do wysuszenia w ciągu jednej godziny w temperaturze otoczenia.

5.3.4. Obserwować płytkę w świetle lampy UV nastawionej na długość fali 360 nm. Chinina pojawia się jako plama o intensywnej błękitnej fluorescencji.

Przykładowo w tablicy poniżej podano wartości retencji R_f głównych alkaloidów w porównaniu z czasem retencji chininy przy rozwijaniu chromatogramu rozpuszczalnikami 3.2.

Alkaloid	R_f
chinina	0,20
chinidyna	0,29
cynchonina	0,33
cynchonidyna	0,27
hydrochinidyna	0,17

- 5.3.5. Dla dalszego potwierdzenia obecności chininy płytkę poddać przez okres około jednej godziny działaniu par bromu (3.7). Fluorescencja znika. Kiedy ta sama płytka jest poddana działaniu par amoniaku (3.8), pojawiają się ponownie plamy koloru brązowego, a kiedy ponownie bada się płytkę w świetle UV przy 360 nm, można zaobserwować żółtawą fluorescencję.

Czułość (granica) identyfikacji: 0,1 µg chininy.

B. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda ta opisuje oznaczanie zawartości chininy. Może być zastosowana do oznaczania zawartości maksymalnego dopuszczanego stężenia 0,5 % (m/m) w szamponach i 0,2 % (m/m) w płynach do włosów.

2. DEFINICJA

Zawartość chininy jest wyrażona w procentach masowych (% m/m) wyrobu.

3. ZASADA

Po odpowiednim przygotowaniu analizowanego produktu oznaczanie zawartości wykonuje się metodą wysoko sprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej i odpowiednie do stosowania w HPLC.

4.1. Acetonitryl.

4.2. Diwodoroortofosforan (V) potasu (KH_2PO_4).

4.3. Kwas ortofosforowy (V), 85 %, $d \frac{20}{4} = 1,7$.

4.4. Bromek tetrametyloamonium.

4.5. Chinina bezwodna.

4.6. Metanol.

4.7. Roztwór kwasu ortofosforowego (V) (0,1 M); zważyć 11,53 g kwasu ortofosforowego (V) (4.2) i rozpuścić w wodzie w 1 000-mililitrowej kolbie miarowej.

4.8. Roztwór diwodoroortofosforanu (V) potasu (0,1 M); zważyć 13,6 g diwodoroortofosforanu (V) potasu (4.2) i rozpuścić w wodzie w 1000-mililitrowej kolbie miarowej.

4.9. Roztwór bromku tetrametyloamonium: rozpuścić 15,40 g bromku tetraoetyloamonium (4.4) w wodzie w 1000-mililitrowej kolbie miarowej.

4.10. Roztwór wymywający: kwas ortofosforowy (V) (4.7)/diwodoroortofosforan (V) potasu (4.8)/bromek tetrametyloamonium (4.9)/woda/acetonitryl (4.1) (10:50:100:340:90 obj).

Skład fazy ruchomej można zmienić dla uzyskania współczynnika rozdziału $R \geq 1,5$ o wzorze:

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

gdzie

R_1 i R_2 = czasy retencji pików, w minutach,

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości, w milimetrach,

d' = szybkość przesuwu papieru, w milimetrach na minutę.

4.11. Krzemionka poddana działaniu oktadecylosilanu, 10 µm.

4.12. Roztwory standardowe: zważyć dokładnie kolejno po około 5,0; 10,0; 15,0; i 20,0 mg bezwodnej chininy (4.5) w serii 100-mililitrowych kolb miarowych. Uzupelnąć do kreski metanolem (4.6) i wytrząsać zawartość kolb do całkowitego rozpuszczenia chininy. Przesączyć każdą próbkę przez filtr 0,5 µm.

5. APARATURA

5.1. Zwykłe wyposażenie laboratoryjne.

5.2. Łąźnia ultradźwiękowa.

5.3. Wyposażenie do wysoko sprawnej chromatografii cieczowej z detektorem o zmiennych długościach fali UV.

5.4. Kolumna: długość: 250 mm, średnica wewnętrzna: 4,6 mm, wypełnienie: krzemionka (4.11).

5.5. Miliporowy filtr FH 0,5 µm lub równoważny z odpowiednim zestawem do sączenia.

6. PROCEDURA

6.1. Przygotowanie próbek

Zważyć dokładnie w 100-mililitrowej kolbie miarowej taką ilość wyrobu, aby zawierała 10,0 mg bezwodnej chininy, dodać 20 ml metanolu (4.6) i umieścić kolbę w łaźni ultradźwiękowej (5.2) na 20 minut. Uzpełnić do kreski metanolem (4.6). Wymieszać roztwór i następnie przesączyć jego część (5.5).

6.2. Chromatografia

Szybkość przepływu: 1,0 ml/min.

Długość fali w detektorze (5.3): 332 nm.

Objętość wprowadzanej próbki: 10 ml przesączonego roztworu (6.1).

Pomiar: powierzchnia pików.

6.3. Krzywa odwzorowania

Wprowadzić strzykawką co najmniej trzy razy po 10,0 µl każdego roztworu odniesienia (4.12), zmierzyć powierzchnię pików i obliczyć średnią powierzchnię dla każdego stężenia.

Przygotować krzywą odwzorowania i sprawdzić, czy jest prostoliniowa.

7. OBLICZENIA

7.1. Z krzywej odwzorowania (6.3) oznaczyć ilość bezwodnej chininy w µg obecnej we wprowadzonej objętości (6.2).

7.2. Stężenie bezwodnej chininy w próbce wyrażone jako procent masowy (% m/m) otrzymuje się z następującego wzoru:

$$\% \text{ (m/m) bezwodnej chininy} = \frac{B}{A}$$

gdzie

B jest ilością w mikrogramach bezwodnej chininy oznaczonej w 10 mikrolitrach przesączonego roztworu (6.1).

A jest masą próbki w gramach (6.1).

8. POWTARZALNOŚĆ (¹)

Dla zawartości bezwodnej chininy 0,5 % (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekraczać 0,02 %.

Dla zawartości bezwodnej chininy 0,2 % (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekraczać 0,01 %.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI NIEORGANICZNYCH SIARCZANÓW I WODOROSIARCZANÓW

PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje identyfikowanie i oznaczanie zawartości nieorganicznych siarczanów i wodorosiarczanów w kosmetykach. Jest odpowiednia tylko dla tych wyrobów, które zawierają fazę wodną lub alkoholową i dla stężeń dwutlenku siarki nieprzekraczających 0,2 %.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. ZASADA

Próbkę ogrzewa się w kwasie solnym, a uwolniony dwutlenek siarki identyfikuje się zarówno na podstawie jego zapachu, jak i barwy papierka wskaźnikowego.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

2.1. Kwas chlorowodorowy (4 M).

2.2. Papierek wskaźnikowy z jodkiem potasu i skrobią lub inny odpowiedni.

3. APARATURA

3.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

3.2. Kolba (25 ml) z krótką chłodnicą zwrotną.

4. PROCEDURA

4.1. W kolbie (3.2) umieścić około 2,5 g próbki i 10 ml kwasu chlorowodorowego (2.1).

4.2. Wymieszać i ogrzewać do wrzenia.

4.3. Sprawdzić wydzielanie dwutlenku siarki zarówno przez ocenę zapachową, jak i papierem wskaźnikowym (2.2).

(¹) Patrz norma ISO 5725.

B. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI

1. DEFINICJA

Zawartość siarczanu (IV) lub wodorosiarczanu (IV) oznaczona tą metodą jest wyrażona jako procent masowy dwutlenku siarki.

2. ZASADA

Po zakwaszeniu próbki uwolniony dwutlenek siarki destyluje się do roztworu nadtlenku wodoru. Powstały kwas siarkowy (VI) jest miareczkowany mianowanym roztworem wodorotlenku sodu.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

3.1. Nadtlenek wodoru 0,2 % (m/v). Przygotowany tego samego dnia.

3.2. Kwas ortofosforowy (V), $d \frac{20}{4} = 1,75$.

3.3. Metanol.

3.4. Wodorotlenek sodu (0,01 M), roztwór mianowany.

3.5. Azot.

3.6. Wskaźnik: mieszanina 1:1 (obj.) czerwieni metylowej (0,03 % m/v w etanolu) i błękitu metylenowego 0,05 % (m/v w etanolu). Przesączyć otrzymaną mieszaninę.

4. APARATURA

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2. Aparatura do destylacji (patrz rysunek).

5. PROCEDURA

5.1. Zważyć dokładnie około 2,5 g próbki do kolby destylacyjnej A (patrz rysunek).

5.2. Dodać 60 ml wody i 50 ml metanolu (3.3), wymieszać.

5.3. W odbieralniku destylatu D (p. rysunek) umieścić 10 ml nadtlenku wodoru (3.1), 60 ml wody i kilka kropli wskaźnika (3.6). Dodać kilka kropli wodorotlenku sodu (3.4) do zmiany zabarwienia wskaźnika na kolor zielony.

5.4. Powtórzyć czynności 5.3 dla płuczki do przemywania E (patrz rysunek).

5.5. Zmontować aparaturę i nastawić przepływ azotu (3.5) na około 60 pęcherzyków na minutę.

5.6. Wprowadzić 15 ml kwasu ortofosforowego (V) (3.2) z wkraplacza do kolby destylacyjnej A.

5.7. Ogrzewać szybko do wrzenia i następnie utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia w ciągu 30 minut.

5.8. Odłączyć odbiornik destylacji D. Popłukać rurkę łączącą i następnie miareczkować destylat roztworem wodorotlenku sodu (3.4) do zmiany zabarwienia wskaźnika na kolor zielony (3.6).

6. OBLICZENIA

Obliczenia zawartości siarczanu (IV) lub wodorosiarczanu (IV) w procentach masowych w próbce:

$$\% \text{ m/m dwutlenku siarki} = \frac{3,2 \text{ MV}}{m}$$

gdzie

M = molowe stężenie roztworu wodorotlenku sodu (3.4),

V = objętość roztworu wodorotlenku sodu (3.4) zużyta do miareczkowania (5.8), w mililitrach,

m = masa próbki (5.1), w gramach.

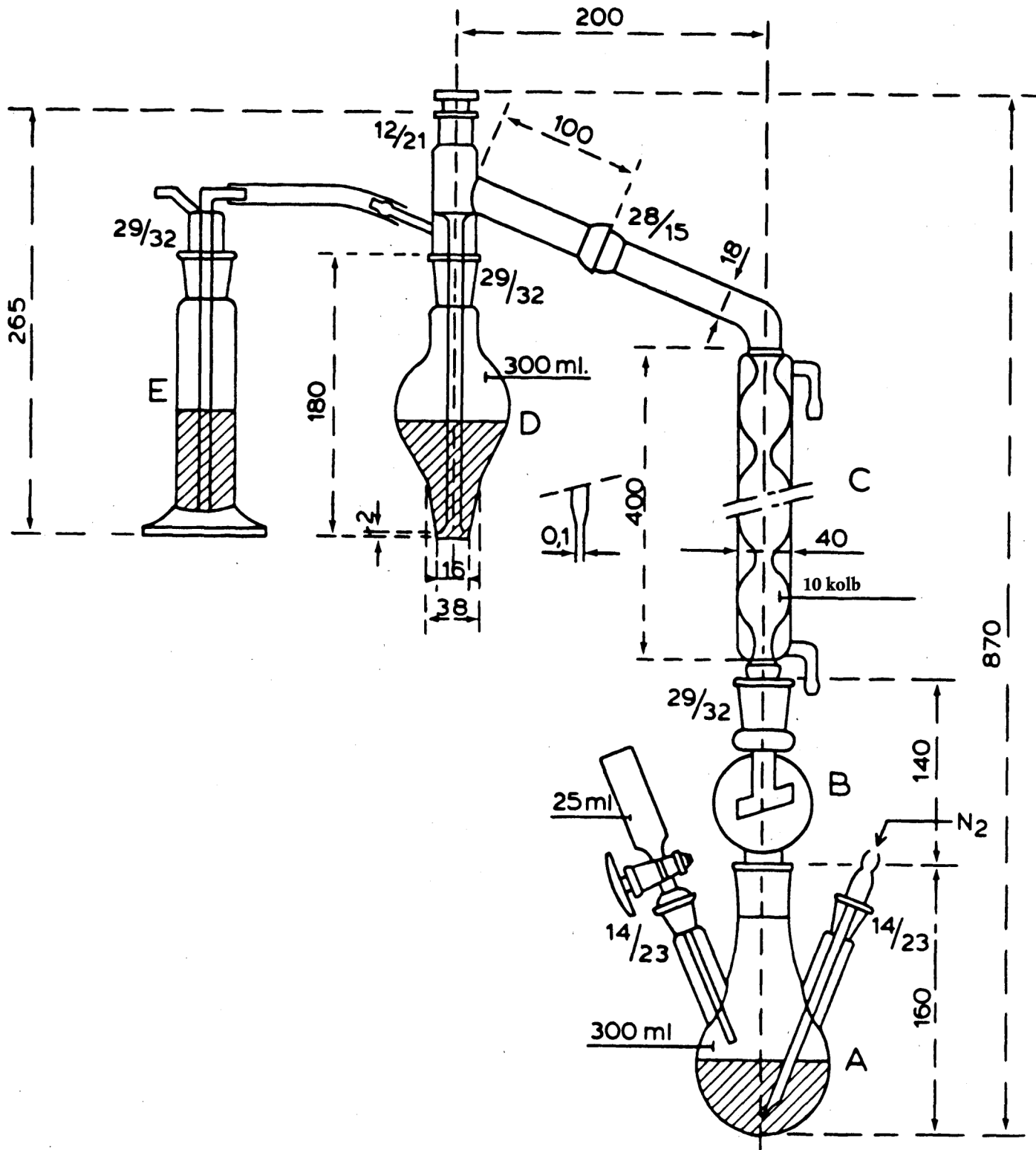
7. POWTARZALNOŚĆ (1)

Dla zawartości dwutlenku siarki 0,2 % (m/m) różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami wykonanymi dla tej samej próbki nie powinna być większa niż 0,006 %.

(1) Patrz norma ISO 5725.

Aparatura do destylacji dwutlenku siarki według Tannera

Wszystkie wymiary w mm



IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CHLORANÓW METALI ALKALICZNYCH

PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje identyfikowanie i oznaczanie zawartości chloranów w pastach do zębów i innych kosmetykach.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. ZASADA

Chlorany oddziela się od innych związków chlorowcowych przez chromatografię cienkowarstwową i identyfikuje przez utlenianie jodku potasu do jodu.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 2.1. Roztwory odniesienia: wodne roztwory chloranu, bromianu i jodanu potasu (0,2 % m/v), świeżo przygotowane.
- 2.2. Rozpuszczalnik rozwijający: roztwór amoniaku (28 % m/v)/aceton/butanol (60:130:30 obj).
- 2.3. Jodek potasu, roztwór wodny (5 % m/v).
- 2.4. Roztwór skrobi (1 do 5 % m/v).
- 2.5. Kwas chlorowodorowy (1 M).
- 2.6. Przygotowane fabrycznie celulozowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej (0,25 mm).

3. APARATURA

Zwykły sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej.

4. PROCEDURA

- 4.1. Ekstrahować około 1 g próbki wodą, przesączyć i rozcieńczyć do około 25 ml.
- 4.2. Nanieść na płytkę (2.6) 2 µl roztworu (4.1) razem z 2 µl porcjami wszystkich trzech roztworów odniesienia (2.1).
- 4.3. Umieścić płytkę w komorze i rozwijać rozpuszczalnikiem (2.2) metodą wstępującej chromatografii do około trzech czwartych długości płytki (2.6).
- 4.4. Wyjąć płytkę z komory i odparować rozpuszczalnik (uwaga: może trwać do dwóch godzin).
- 4.5. Spryskać płytkę roztworem jodku potasu (2.3) i pozostawić ją do wyschnięcia na około pięć minut.
- 4.6. Spryskać płytkę roztworem skrobi (2.4) i pozostawić ją do wyschnięcia na około pięć minut.
- 4.7. Spryskać płytkę kwasem chlorowodorowym (2.5).

5. OCENA

Jeśli chloran jest obecny w próbce, to po upływie pół godziny pojawi się na płycie błękitna plama (może być także plama brązowa) o wartości R_f w przybliżeniu 0,7 do 0,8.

Związek chlorowcowy	R_f
jodan	0–0,2
bromian (V)	0,5–0,6
chloran (V)	0,7–0,8

Należy zauważyć, że bromiany i jodany ulegają reakcji natychmiast. Należy być ostrożnym, aby nie pomylić bromianów i chloranów.

B. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI

1. DEFINICJA

Zawartość chloranu w próbce oznaczona tą metodą jest wyrażona w procentach masowych chloranu.

2. ZASADA

Chloran ulega redukcji pyłem cynkowym w środowisku kwaśnym. Powstały chlorek mierzy się miareczkowaniem potencjometrycznym z użyciem roztworu azotanu srebra. Podobne oznaczenie przed redukcją pozwala określić możliwą obecność halogenków.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

3.1. Kwas octowy, 80 % (m/m).

3.2. Pył cynkowy.

3.3. Mianowany roztwór azotanu srebra (0,1 M).

4. APARATURA

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2. Potencjometr wyposażony w elektrodę do wykrywania srebra.

5. PROCEDURA

5.1. **Przygotowanie próbki**

Zważyć dokładnie w probówce wirówki ilość „m” około 2 g próbki. Dodać około 15 ml kwasu octowego (3.1) i zamieszać starannie. Poczekać 30 minut i wirować w ciągu 15 minut przy 2000 obr/min. Zlać roztwór z nad osadu do 50-mililitrowej kolby miarowej. Powtórzyć wirowanie dwukrotnie, dodając 15 ml kwasu octowego (3.1) do pozostałości. Zebrać roztwory zawierające chloran w tej samej kolbie miarowej. Uzupełnić do kreski kwasem octowym (3.1).

5.2. **Redukcja chloranu**

Pobrać 20 ml roztworu 5.1 i dodać 0,6 g pyłu cynkowego (3.2). Doprowadzić do wrzenia w kolbie wyposażonej w chłodnicę zwrotną. Po 30 minutach wrzenia schłodzić i przesączyć. Popłukać kolbę wodą. Przesączyć i połączyć z przesączem poprzednim.

5.3. **Oznaczanie zawartości chlorku**

Miareczkować 20 ml przesącza (5.2) azotanem srebra (3.3) z zastosowaniem potencjometru (4.2). W ten sam sposób miareczkować 20 ml roztworu 5.1 azotanem srebra (3.3).

Notabene: Jeśli produkt zawiera pochodne bromu lub jodu, które mogą uwalniać bromki lub jodki po redukcji, krzywa miareczkowania będzie miała kilka punktów przegięcia. W tym przypadku objętość użytego do miareczkowania roztworu (3.3) odpowiadająca chlorkowi jest różnicą między ostatnim i przedostatnim punktem przegięcia.

6. OBLICZANIE

Zawartość chloranu w próbce (% m/m) oblicza się ze wzoru:

$$\text{chloran (ClO}_3^-) \% \text{ m/m} = \frac{20,9 (V - V') M}{m}$$

gdzie

V = objętość w mililitrach roztworu azotanu srebra (3.3) zużyta do miareczkowania roztworu 5.2.

V' = objętość w mililitrach roztworu azotanu srebra (3.3) zużyta do miareczkowania 20 mililitrów roztworu 5.1.

M = molarność mianowanego roztworu azotanu srebra (3.3).

m = masa próbki, w gramach.

7. POWTARZALNOŚĆ (1)

Dla zawartości chloranu 3–5 % m/m różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,07 % m/m

(1) Patrz norma ISO 5725.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI JODANU SODU

PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje procedurę identyfikowania i oznaczania zawartości jodanu sodu (INCI: *sodium iodate*) w zmywalnych ze skóry i włosów kosmetykach, które go zawierają.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. ZASADA

Jodan sodu oddziela się od innych związków chlorowcowych przez chromatografię cienkowarstwową i identyfikuje przez utlenianie jodku do utworzenia jodu.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

2.1. Roztwory odniesienia. Wodne roztwory chloranu, bromianu i jodanu potasu (0,01 % m/v), świeżo przygotowane.

2.2. Roztwór rozwijający.

Roztwór amoniaku (28 % m/v)/aceton/butanol (60:130:30 obj).

2.3. Jodek potasu, wodny roztwór (5 % m/v).

2.4. Roztwór skrobi (1 do 5 % m/v).

2.5. Kwas chlorowodorowy (1 M).

3. APARATURA

3.1. Przygotowane fabrycznie celulozowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej (0,25 mm).

3.2. Zwykły sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej.

4. PROCEDURA

4.1. Ekstrahować około 1 g próbki wodą, przesączyć i rozcieńczyć do około 10 ml.

4.2. Nanieść 2 µl otrzymanego roztworu na linię bazową płytki (3.1) razem z 2 µl porcjami wszystkich trzech roztworów odniesienia (2.1).

4.3. Umieścić płytkę w komorze i rozwijać rozpuszczalnikiem (2.2) metodą wstępującej chromatografii do około trzech czwartych długości płytki.

4.4. Wyjąć płytkę z komory i pozostawić do odparowania w temperaturze otoczenia (uwaga: może to trwać do dwóch godzin).

4.5. Spryskać płytkę roztworem jodku potasu (2.3) i pozostawić do wyschnięcia na około pięć minut.

4.6. Spryskać płytkę roztworem skrobi (2.4) i pozostawić do wyschnięcia na około pięć minut.

4.7. Na końcu spryskać płytkę kwasem chlorowodorowym (2.5).

5. OCENA

Jeśli w próbce obecny jest jodan, natychmiast pojawia się błękitna plama (zabarwienie może być brązowe lub stawać się brązowe z upływem czasu) o wartości R_f od 0,0 do 0,2.

Należy zauważyć, że bromiany dają natychmiast ową barwną pianę o wartościach R_f od 0,5 do 0,6, a chlorany po około 30 minutach o wartościach R_f od 0,7 do 0,8 odpowiednio.

B. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI

1. DEFINICJA

Zawartość jodanu sodu oznaczona tą metodą jest wyrażona jako procent masowy jodanu sodu.

2. ZASADA

Jodan sodu rozpuszcza się w wodzie i oznacza metodą wysoko sprawnej chromatografii cieczowej, używając kolejno kolumny C18 z fazą odwróconą i kolumny z wymiennicem anionowym.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej i szczególnie odpowiednie do wysoko sprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

3.1. Kwas chlorowodorowy (4M).

3.2. Siarczan sodu, wodny roztwór 5 % m/v.

3.3. Jodan sodu, roztwór bazowy.

Przygotować roztwór bazowy zawierający 50 mg jodanu sodu w 100 ml wody.

3.4. Diwodoroortofosforan potasu.

3.5. 2-hydrat wodorooortofosforanu (V) disodu ($\text{NaHPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$).

3.6. Faza ruchoma HPLC: rozpuścić 3,88 g diwodoroortofosforanu (V) potasu (3.4) i 1,19 g 2-hydratu-wodorooortofosforanu (V) disodu (3.5) w 1 litrze wody.

pH otrzymanego roztworu wynosi 6,2.

3.7. Uniwersalny papierek wskaźnikowy pH 1–11.

4. APARATURA

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2. Bibuła filtracyjna, krążki o średnicy 110 mm, Schleicher and Schüll nr 575 lub równoważna.

4.3. Chromatograf do wysoko sprawnej chromatografii cieczowej z detektorem o zmiennej długości fali.

4.4. Kolumny: długość 120 mm, średnica wewnętrzna: 4,6 mm; dwie kolumny połączone kolejno: pierwsza kolumna – Nucleosil® 5 C18 lub równoważna; druga kolumna – Vydac™-301-SB lub równoważna.

5. PROCEDURA

5.1. Przygotowanie próbeki

5.1.1. *Próbki ciekłe (szampony)*

W 10-mililitrowej szklanej probówce wyskalowanej i zamykanej korkiem lub w kolbie miarowej zważyć dokładnie odważkę analityczną około 1,0 g próbki.

Uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Przesączyć roztwór, jeśli potrzeba.

Oznaczyć jodan w roztworze metodą HPLC zgodnie z opisem w pkt 5.2.

5.1.2. *Próbki stałe (mydła)*

Rozdrobnić starannie część próbki i zważyć odważkę analityczną około 1,0 g w 100-mililitrowym szklanym cylindrze miarowym z korkiem. Uzupełnić wodą do 50 ml i wytrząsać energicznie w ciągu jednej minuty. Odwirować i przesączyć przez bibułę filtracyjną (4.1) i pozostawić mieszaninę do odstania co najmniej do następnego dnia.

Wytrząsnąć podobny do żelu roztwór i przesączyć go przez bibułę filtracyjną (4.1).

Oznaczyć jodan w przesączu metodą HPLC zgodnie z opisem w pkt 5.2.

5.2. Chromatografia

Przepływ: 1 ml/min.

Długość fali detektora (4.2): 210 nm.

Wstrzykiwana objętość próbki: 10 µl.

Sposób pomiaru: obliczenie powierzchni pików.

5.3. Kalibrowanie

Do 50-mililitrowych kolb miarowych wprowadzić pipetą kolejno po 1,0, 2,0, 5,0, 10,0 i 20,0 ml bazowego roztworu jodanu sodu (3.3). Uzupełnić do kreski i wymieszać.

Otrzymane w ten sposób roztwory zawierają odpowiednio 0,01, 0,02, 0,05, 0, 10 i 0,20 mg jodanu sodu na ml.

Wprowadzić strzykawką kolejno 10 µl porcje wszystkich standardowych roztworów jodanu do chromatografu (4.2) i otrzymać ich chromatogramy. Oznaczyć powierzchnie pików dla jodanu i wykreślić krzywą przedstawiającą stosunek powierzchni pików do stężenia jodanu sodu.

6. OBLICZANIE

Obliczyć zawartość jodanu sodu w procentach masowych (% m/m), używając wzoru:

$$\% \text{ (m/m) jodanu sodu} = \frac{Vc}{10 m}$$

gdzie

m = masa w gramach odważki analitycznej (5.1),

V = całkowita objętość roztworu próbki, w mililitrach, otrzymanego jak opisano w pkt 5.1,

c = stężenie, w miligramach na mililitr jodanu sodu otrzymane z krzywej kalibracyjnej (5.3).

7. POWTARZALNOŚĆ (1)

Dla zawartości jodanu sodu 0,1 % (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonywanych dla tej samej próbki nie może przekraczać 0,002 %.

8. POTWIERDZENIE

8.1. Zasada

W kwaśnym roztworze produktu kosmetycznego jodan sodu (IO_3^-) jest zredukowany do jodku (I) przez siarczan i powstający w rezultacie roztwór jest badany metodą HPLC. Jeśli szczyt, przy czasie retencji korespondującym z czasem retencji jodanu, zanika po zastosowaniu siarczanu, pierwotny szczyt można uznać za efekt działania jodanu.

8.2. Procedura

Wprowadzić pipetą do kolby stożkowej 5-mililitrową porcję roztworu próbki otrzymanego jak opisano w pkt 5.1.

Doprowadzić pH roztworu do wartości 3 lub niższej dodatkiem kwasu chlorowodorowego (3.1); sprawdzić wartość pH uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym (3.7).

Dodać trzy krople roztworu siarczanu sodu (3.2) i wymieszać.

Wprowadzić strzykawką 10 μl porcję roztworu do chromatografu cieczowego (4.2).

Porównywać ten ostatni chromatogram z chromatogramem otrzymanym jak opisano w pkt 5 dla tej samej próbki.

(1) Patrz norma ISO 5725.