

31980L1335

31.12.1980

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

L 383/27

PRVA DIREKTIVA KOMISIJE**z dne 22. decembra 1980****o približevanju zakonov držav članic glede analitskih metod, potrebnih za preverjanje sestave kozmetičnih izdelkov**

(80/1335/EGS)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske gospodarske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 76/768/EGS z dne 27. julija 1976 o približevanju zakonov držav članic glede kozmetičnih izdelkov⁽¹⁾, kakor je bila spremenjena z Direktivo 79/661/EGS⁽²⁾, in zlasti člena 8(1) direktive,

ker Direktiva 76/768/EGS določa uradno preverjanje kozmetičnih izdelkov, da bi na podlagi določb Skupnosti zagotovila izpolnitev pogojev o njihovi sestavi;

ker je vse potrebne analitske metode treba določiti čim prej; ker določanje metod vzorčenja, laboratorijske priprave, kvalitativno in kvantitativno določanje prostega natrijevega hidroksida in prostega kalijevega hidroksida, kvalitativno in kvantitativno določanje oksalne kisline in njenih alkalijskih soli v izdelkih za nego las, kvantitativno določanje kloroforma v zobnih kremah in cinka ter kvalitativno in kvantitativno določanje fenolsulfonske kisline pomenijo prvi korak v tej smeri;

ker so ukrepi te direktive v skladu z mnenjem Odbora za prilagajanje Direktive 76/768/EGS tehničnemu napredku,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe, da se med uradnim preverjanjem kozmetičnih izdelkov zagotovijo:

— vzorčenje,

— laboratorijska priprava vzorcev,

— kvalitativno in kvantitativno določanje prostega natrijevega in kalijevega hidroksida,

— kvalitativno in kvantitativno določanje oksalne kisline in njenih alkalijskih soli v izdelkih za nego las,

— kvantitativno določanje kloroforma v zobnih kremah,

— kvantitativno določanje cinka,

— kvalitativno in kvantitativno določanje fenolsulfonske kisline,

opravljeni v skladu z metodami, opisanimi v Prilogi.

Člen 2

Države članice izdajo zakone in druge predpise, potrebne za upoštevanje te direktive, najpozneje do 31. decembra 1982.

O tem takoj obvestijo Komisijo.

Člen 3

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 22. decembra 1980

Za Komisijo

Richard BURKE

Član Komisije

⁽¹⁾ UL L 262, 27.9.1976, str. 169.⁽²⁾ UL L 192, 31.7.1979, str. 35.

PRILOGA

I. VZORČENJE KOZMETIČNIH IZDELKOV

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Postopek vzorčenja kozmetičnih izdelkov je opisan z namenom njihove analize v različnih laboratorijih.

2. OPREDELITVE

2.1 Osnovni vzorec:

enota, vzeta iz serije, ponujene v prodajo.

2.2 Skupni vzorec:

vsota vseh osnovnih vzorcev, ki imajo isto serijsko številko.

2.3 Laboratorijski vzorec:

reprezentativni del skupnega vzorca, namenjen analiziranju v posameznih laboratorijih.

2.4 Delež za preizkušanje (aliquot):

reprezentativni del laboratorijskega vzorca, ki se zahteva za posamezno analizo.

2.5 Embalaža:

predmet, ki vsebuje izdelek in je z izdelkom v stalnem neposrednem stiku.

3. POSTOPEK VZORČENJA

3.1 Kozmetični izdelki se morajo vzorčiti v originalni embalaži in neodprti poslati v analitske laboratorije.

3.2 Za kozmetične izdelke, ki se dajejo v promet nepakirani ali pa se na drobno prodajajo v embalaži, ki ni originalno pakiranje izdelovalca, naj bi se izdala ustrezna navodila za vzorčenje na kraju uporabe ali prodaje.

3.3 Število osnovnih vzorcev, ki se zahtevajo za pripravo laboratorijskega vzorca, se določi z analitsko metodo in številom analiz, ki jih opravi vsak laboratorij.

4. KVALITATIVNA DOLOČITEV VZORCEV

4.1 Vzorci se na kraju odvzema zapečatijo in identificirajo v skladu z veljavnimi predpisi v državah članicah.

4.2 Vsak osnovni vzorec se označi z naslednjimi podatki:

- ime kozmetičnega izdelka,
- datum, čas in kraj vzorčenja,
- ime osebe, pooblaščen za vzorčenje,
- ime organa, ki opravlja raziskave.

4.3 Poročilo o vzorčenju se sestavi v skladu z veljavnimi predpisi države članice.

5. SHRANJEVANJE VZORCEV

5.1 Osnovni vzorci morajo biti shranjeni v skladu z morebitnimi navodili izdelovalca, ki so na etiketi.

5.2 Laboratorijski vzorci morajo biti shranjeni v temnem prostoru pri temperaturi med 10 in 25 °C, razen če niso določeni drugi pogoji.

5.3 Osnovni vzorci se ne smejo odpirati do začetka analize.

II. LABORATORIJSKE PRIPRAVE DELEŽEV ZA PREIZKUŠANJE

1. SPLOŠNO

1.1 Kadar je mogoče, se analiza opravi z vsakim osnovnim vzorcem. Če je osnovni vzorec premajhen, naj se uporabi najmanjše število osnovnih vzorcev. Te je treba pred odvzemom deleža za preizkušanje najprej dobro premešati.

- 1.2 Če tako določa analitska metoda, se embalaža odpre pod inertnim plinom in čim hitreje odvzame zahtevano število deležev za preizkušanje. Analiza naj se nato opravi čim hitreje. Če je treba vzorec shraniti, se embalaža spet zapre pod inertnim plinom.
- 1.3 Kozmetični izdelki so lahko pripravljene v tekoči, trdni ali poltrdni obliki. Če pride do ločitve prvotno homogenega izdelka, se mora izdelek vnovič homogenizirati, preden se odvzame delež za preizkušanje.
- 1.4 Če se kozmetični izdelek prodaja na poseben način, zaradi česar se ne more obravnavati v skladu s temi predpisi, in če za ustrezne preizkusne metode ni določb, se lahko uporabi poseben postopek, če je pripravljen v pisni obliki kot del poročila o analizi.
2. TEKOČINE
- 2.1 Te se lahko pojavijo v obliki izdelkov, kot so raztopine v olju, v alkoholu in v vodi, toaletne vode, losjoni ali mleko, in so lahko pakirane v stekleničkah, steklenicah, ampulah ali tubah.
- 2.2 **Odvzem deleža za preizkušanje:**
- pred odpiranjem embalažo močno pretresite,
 - odprite embalažo,
 - zlijte nekaj mililitrov tekočine v epruveto za vizualni pregled njenih značilnosti za odvzem deleža za preizkušanje,
 - spet zaprite embalažo ali
 - odvmete zahtevan delež za preizkušanje,
 - previdno spet zaprite embalažo.
3. POLTRDNE SNOVI
- 3.1 Te se lahko pojavijo v obliki izdelkov, kot so paste, kreme, trdne emulzije in geli, in so lahko pakirane v tubah, plastičnih stekleničkah ali kozarcih.
- 3.2 **Odvzem deleža za preizkušanje iz bodisi:**
- 3.2.1 embalaže z ozkim vratom: Odstranite vsaj prvi centimeter izdelka. Iztisnite preizkusni delež in takoj spet zaprite embalažo.
- 3.2.2 embalaže s širokim vratom: Površino enakomerno postrgajte, da odstranite vrhnji sloj. Odvmete delež za preizkušanje in takoj spet zaprite embalažo.
4. TRDNE SNOVI
- 4.1 Te se lahko pojavijo v obliki izdelkov, kot so pudri v prahu, pudri v kamnu ali stiki, in so lahko pakirane v številne različne embalaže.
- 4.2 Odvzem deleža za preizkušanje, ki je bodisi:
- 4.2.1 puder v prahu – pred odpiranjem ali odmašitvijo močno pretresite. Odprite in odvmete preizkusni delež.
- 4.2.2 puder v kamnu ali stik – z enakomernim strganjem odstranite vrhnji sloj. Izpod tega sloja odvmete preizkusni delež.
5. IZDELKI V EMBALAŽI POD TLAKOM (aerosolni razpršilci)
- 5.1 Ti izdelki so opredeljeni v členu 2 Direktive Sveta 75/324/EGS z dne 20. maja 1975 ⁽¹⁾.
- 5.2 **Delež za preizkušanje:**
- Po močnem stresanju prenesite reprezentativno količino vsebine aerosolnega razpršilca z ustreznim povezovalnikom (glej sliko 1: v posebnih primerih lahko analitska metoda zahteva uporabo drugačnih povezovalnikov) v steklenico s plastičnim ovojem (slika 4), ki je opremljena z aerosolnim ventilom, vendar nima potopne cevke. Med prenosom držite steklenico tako, da je ventil obrnjen navzdol. Ta prenos naredi vsebino jasno vidno, kar se ujema z enim od naslednjih štirih primerov:

⁽¹⁾ UL L 147, 9.6.1975, str. 40.

- 5.2.1 Aerosolni izdelek v obliki homogene raztopine za neposredno analizo.
- 5.2.2 Aerosolni izdelek, sestavljen iz dveh tekočih faz. Po ločitvi spodnje faze v drugo prenašalno stekleničko se lahko analizira vsaka faza posebej. Tedaj je treba držati prvo prenašalno stekleničko obrnjeno z ventilom navzdol. V takem primeru je spodnja faza navadno tekoča in ne vsebuje potisnih plinov (tj. zmesi butana in vode).
- 5.2.3 Aerosolni izdelek, ki vsebuje prašek v suspenziji. Tekoča faza se lahko analizira po odstranitvi praška.
- 5.2.4 Izdelek v obliki pene ali kreme. V prenašalno stekleničko najprej odtehtajte od 5 do 10 g 2-metoksietanola. Ta spojina preprečuje nastajanje pene med postopkom odstranjevanja plinov, tako da se lahko pozneje izločijo potisni plini brez izgube tekočine.

5.3 Pripomočki

Povezovalnik (slika 1) je izdelan iz duraluminija ali medenine. Oblikovan je tako, da s polietilenskim delom za prilagoditev ustreza različnim sistemom ventilov. Povezovalnik je naveden kot zgled: lahko se uporabijo tudi drugi povezovalniki (glej slike 2 in 3).

Prenašalna steklenička (slika 4) je izdelana iz belega stekla, ki ga na zunanji strani obdaja zaščitni sloj prozorne plastične snovi. Vsebuje lahko od 50 do 100 ml. Opremljena je z razpršilnim ventilom brez potopne cevke.

5.4 Metoda

Da bi lahko prenesli dovolj vzorca, je treba iz prenašalne stekleničke odstraniti zrak. V ta namen se skozi povezovalnik vstavi približno 10 ml diklorodifluorometana ali butana (odvisno od aerosolnega izdelka, ki se pregleduje) in nato s prenašalno stekleničko, obrnjeno z ventilom navzgor, opravi popolno razplinjevanje, dokler tekoča faza popolnoma ne izgine. Odstranite povezovalnik. Stehtajte prenašalno stekleničko (a' gramov). Močno pretresite aerosolni razpršilec, iz katerega se pozneje odvzame vzorec. Povezovalnik pritrdite na ventil aerosolne embalaže vzorca (ventil naj bo obrnjen navzgor), vstavite prenašalno stekleničko (vrat naj bo obrnjen navzdol) na povezovalnik in pritisnite. Prenašalno stekleničko napolnite približno do dveh tretjin. Če se prenos prehitro ustavi zaradi izenačenja tlaka, se lahko znova zažene s hlajenjem prenašalne stekleničke. Povezovalnik odstranite, stehtajte napolnjeno stekleničko (b' gramov) in ugotovite maso prenesenega aerosolnega vzorca m_1 ($m_1 = b - a$).

Tako dobljen vzorec se lahko uporabi za:

1. običajno kemijsko analizo;
2. analizo hlapnih sestavin s plinsko kromatografijo.

5.4.1 Kemijska analiza

Ventil prenašalne stekleničke držite obrnjen navzgor in nadaljujte postopek, kot sledi:

- razplinite. Če začne med postopkom razplinjevanja nastajati pena, uporabite prenašalno stekleničko, v katero ste z brizgo prek povezovalnika vnesli natančno določeno količino (od 5 do 10 g) 2-metoksietanola;
 - dokončajte odstranjevanje hlapnih komponent brez izgube s pretresanjem v vodni kopeli, vzdrževani pri 40 °C. Odklopite povezovalnik;
 - spet stehtajte prenašalno stekleničko (c' gramov), da bi lahko določili ostanek, m_2 ($m_2 = c - a$);
- (Opomba: Pri računanju mase ostanka odštejte maso vsega uporabljenega 2- metoksietanola.)
- z odstranitvijo ventila odprite prenašalno stekleničko;
 - ostanek popolnoma raztopite v znani količini ustreznega topila;
 - opravite želeno določitev alikvota.

Formuli za izračunavanje sta:

$$R = \frac{r \times m_2}{m_1} \text{ in } Q = \frac{R \times P}{100}$$

kjer je:

- m_1 = masa aerosola, prenesenega v prenašalno stekleničko;
- m_2 = masa ostanka po segrevanju pri 40 °C;
- r = odstotek določene snovi v m_2 (določen v skladu z ustrezno metodo);
- R = odstotek določene snovi v aerosolu, kot smo ga prejeli;
- Q = celotna količina določene snovi v aerosolnem razpršilcu;
- p = skupna masa prvotnega aerosolnega razpršilca (osnovni vzorec).

5.4.2 Analiza hlapnih komponent s plinsko kromatografijo

5.4.2.1 Princip

Z brizgo za plinsko kromatografijo odvzemeti ustrezno količino iz prenašalne stekleničke. Vsebino brizge nato vbrizgajte v plinski kromatograf.

5.4.2.2 Pripomočki

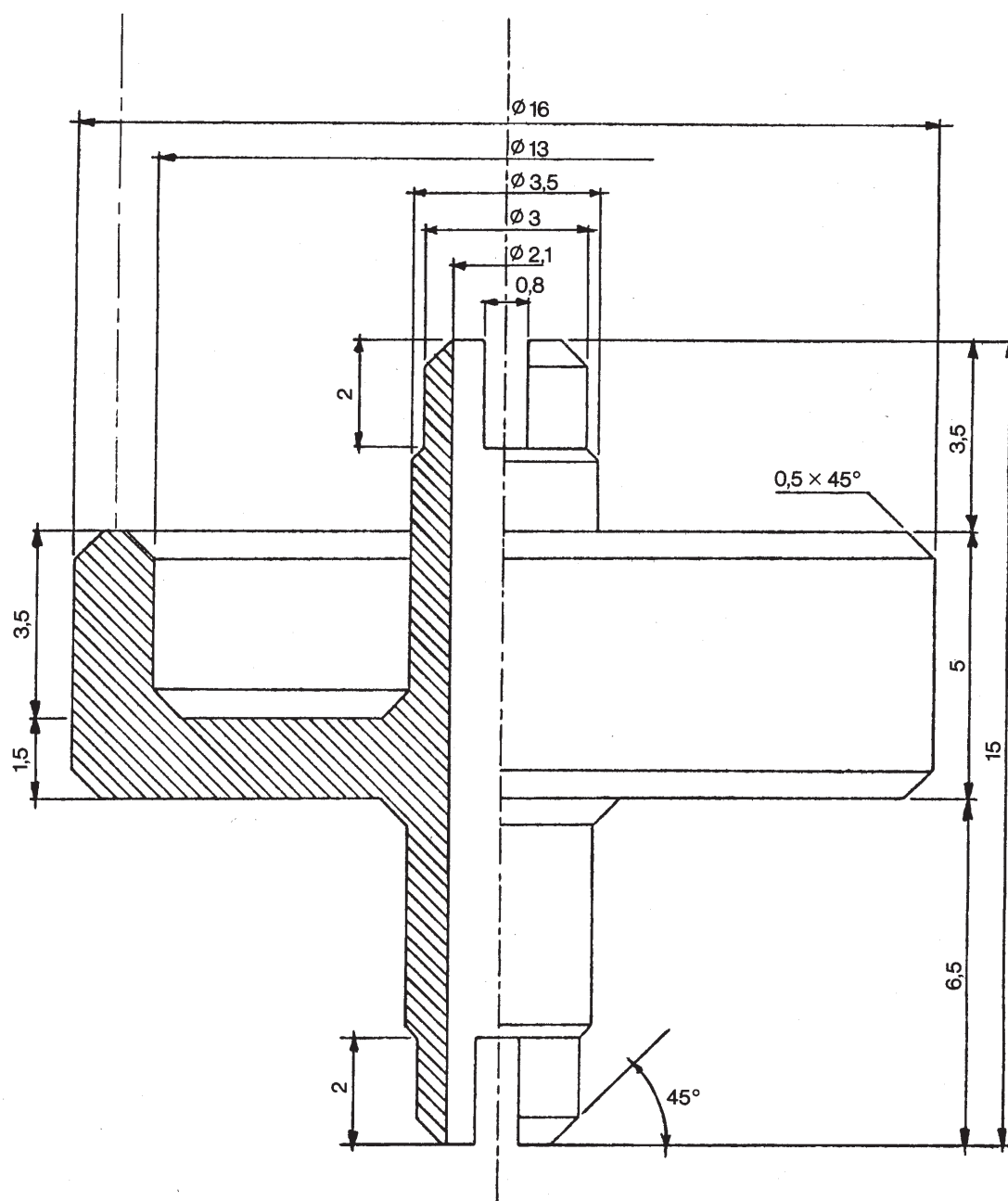
25- ali 50-mikrolitrska brizga (slika 5) za plinsko kromatografijo iz serij A2 „precizno vzorčenje“ ali ekvivalentna. Ta brizga je opremljena z drsnim ventilom pri igli. Brizga je s prenašalno stekleničko povezana prek povezovalnika pri steklenici in polietilenske cevke (dolžina 8 mm, notranji premer 2,5 mm).

5.4.2.3 Metoda

Potem ko v prenašalno stekleničko vnesete ustrezno količino aerosolnega izdelka, nastavite konico brizge na prenašalno stekleničko, kakor je opisano v 5.4.2.2. Odprite ventil in izsesajte ustrezno količino tekočine. Z večkratnim potiskom bata odstranite plinske mehurčke (če je treba, ohladite brizgo). Ventil zaprite, ko brizga vsebuje ustrezno količino tekočine brez mehurčkov, in nato odstranite brizgo iz prenašalne stekleničke. Vstavite iglo in vstavite brizgo v injektor plinskega kromatografa, odprite ventil in vbrizgajte.

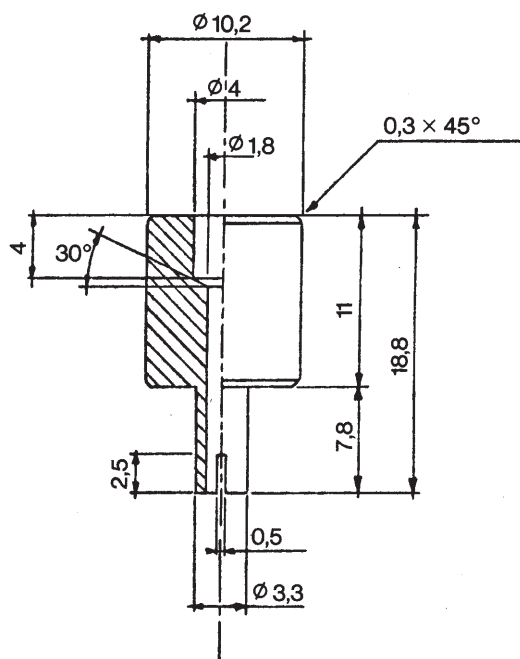
5.4.2.4 Interni standard

Če se zahteva interni standard, se vnese v prenašalno stekleničko (z navadno stekleno brizgo ob uporabi povezovalnika).



Slika 1

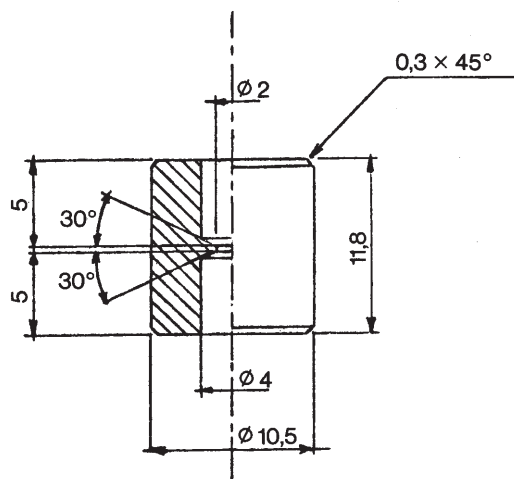
Povezovalnik P1



Slika 2

Povezovalnik M_2

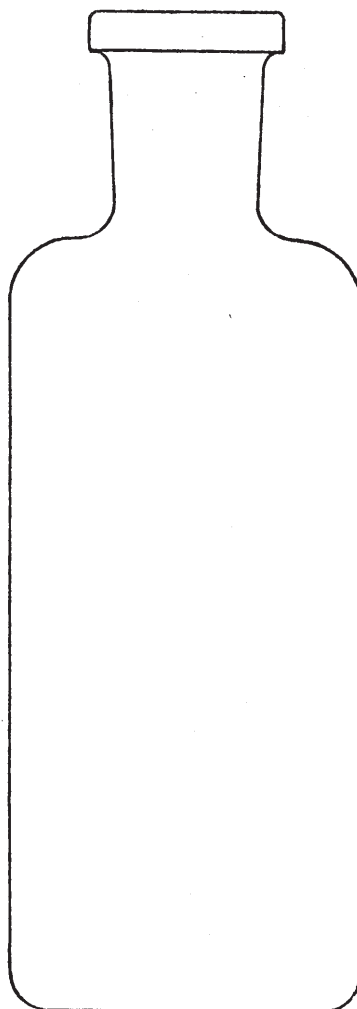
za prenos med moškim in ženskim ventilom



Slika 3

Povezovalnik M_1

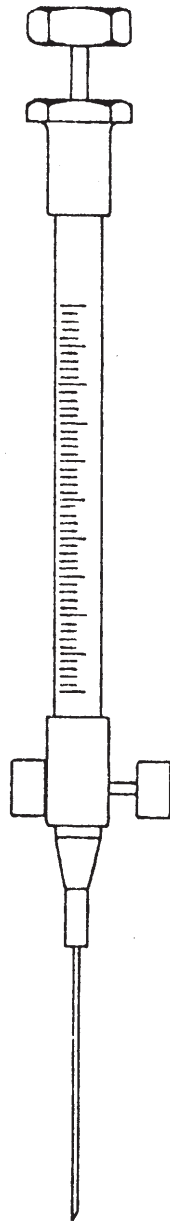
za prenos med moškima ventiloma



Slika 4

Prenašalna steklenička

Prostornina od 50 do 100 ml

*Slika 5***Plinsko tesna injekcijska igla**

III. KVALITATIVNO IN KVANTITATIVNO DOLOČANJE PROSTEGA NATRIJEVEGA IN KALIJEVEGA HIDROKSIDA

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Ta metoda določa postopek kvalitativne določitve kozmetičnih izdelkov, ki vsebujejo znatne količine prostega natrijevega in/ali kalijevega hidroksida, in kvalitativno določanje teh prostih hidroksidov (natrijevega in/ali kalijevega) v izdelkih za ravnanje las in izdelkih, ki vsebujejo topila za obnohtno kožico.

2. OPREDELITEV

Prosti natrijev in kalijev hidroksid je opredeljen kot količina standardne kisline, potrebne za nevtralizacijo izdelka po natančno določenih pogojih, tako da je količina, ki izhaja iz tega, izražena v % m/m prostega natrijevega hidroksida.

3. PRINCIP

Vzorec se raztopi ali razprši v vodi in titrira s standardno kislino. Vrednost pH se zapisuje sočasno z dodajanjem kisline: za preprosto raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida je končna točka jasno določena z maksimalno spremembo pH-vrednosti.

Preprosta titracijska krivulja se lahko prikrije zaradi prisotnosti:

- (a) amoniaka in drugih šibkih organskih baz, ki imajo same precej položno titracijsko krivuljo. Amoniak se v postopku odstranjuje z izparevanjem pri znižanem tlaku, toda pri sobni temperaturi;
- (b) soli šibkih kislin, ki lahko dvignejo titracijsko krivuljo za več prevojnih točk. V takih primerih ustreza nevtralizaciji hidroksilnega iona iz prostega natrijevega ali kalijevega hidroksida le prvi del krivulje do prve od teh prevojnih točk.

Kadar se kaže čezmerno motenje zaradi soli šibkih neorganskih kislin, se uporabi vzporeden postopek titracije v alkoholu.

Čeprav obstaja teoretična možnost, da lahko prisotnost drugih topnih močnih kislin, na primer litijevega hidroksida ali kvartarnega amonijevega hidroksida, domnevno zviša vrednost pH, pa je v tej vrsti kozmetičnih izdelkov malo verjetna.

4. KVALITATIVNO DOLOČANJE

4.1 Reagenti

- 4.1.1 Standardna alkalna puferska raztopina, pH 9,18 pri 25 °C: 0,05 M natrijevega tetraborat dekahidrata.

4.2 Aparatura

- 4.2.1 Običajna laboratorijska steklovina
- 4.2.2 pH-meter
- 4.2.3 Steklена elektroda
- 4.2.4 Standardna referenčna kalomelna elektroda

4.3 Postopek

pH-meter umerite z elektrodami ob uporabi standardne puferske raztopine.

V vodi pripravite 10-odstotno raztopino ali disperzijo izdelka, ki ga želite analizirati, in filtrirajte. Izmerite pH-vrednost. Če je vrednost pH 12 ali več, je treba izpeljati kvantitativno določanje.

5. KVANTITATIVNO DOLOČANJE

5.1 Titracija v vodnem mediju

5.1.1 Reagent

- 5.1.1.1 Standardna 0,1 N klorovodikova kislina

5.1.2 Aparatura

- 5.1.2.1 Običajna laboratorijska steklovina
- 5.1.2.2 pH-meter, po možnosti z instrumentom za zapisovanje merilnih rezultatov
- 5.1.2.3 Steklена elektroda
- 5.1.2.4 Standardna referenčna kalomelna elektroda

5.1.3 Postopek

V 150-mililitrsko čašo dajte od 0,5 do 1,0 g deleža za preizkušanje. Če je prisoten amoniak, dodajte nekaj vrelnih kamenčkov, postavite čašo v vakuumski izparilnik in odstranjujte amoniak, dokler vonj po njem ne bo več zaznaven (približno tri ure).

Dodajte 100 ml vode, raztopite ali razpršite ostanek in titrirajte z 0,1 N raztopino klorovodikove kisline (5.1.1.1), hkrati pa si zapisujte spremembo pH-vrednosti (5.1.2.2).

5.1.4 Izračun

Določite prevojne točke na titracijski krivulji. Ko se pojavi prva prevojna točka pri pH-vrednosti pod 7, je vzorec brez natrijevega ali kalijevega hidroksida.

Kadar sta na krivulji dve ali več prevojnih točk, je pomembna le prva točka.

Označite prostornino titranta do te prve prevojne točke.

Naj V pomeni prostornino titranta v ml,
 M pomeni maso deleža za preizkušanje v gramih.

Vsebnost natrijevega in/ali kalijevega hidroksida v vzorcu, izražena v % m/m natrijevega hidroksida, se izračuna po formuli:

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

Lahko se zgodi, da se kljub nakazovanju prisotnosti velike količine natrijevega in/ali kalijevega hidroksida na titracijski krivulji ne pokaže jasno razvidna prevojna točka. Tedaj je treba ponoviti določanje v izopropanolu.

5.2 Titracija v izopropanolu

5.2.1 Reagenti

5.2.1.1 Izopropanol

5.2.1.2 Standardna 0,1 N vodna raztopina klorovodikove kisline

5.2.1.3 0,1 N klorovodikova kislina v izopropanolu, pripravljena tik pred uporabo z razredčitvijo 1,0 N vodne raztopine klorovodikove kisline z izopropanolom.

5.2.2 Aparatura

5.2.2.1 Običajna laboratorijska steklovina

5.2.2.2 pH-meter, po možnosti z instrumentom za zapisovanje merilnih rezultatov

5.2.2.3 Steklена elektroda

5.2.2.4 Standardna referenčna kalomelna elektroda

5.2.3 Postopek

V 150-mililitrsko čašo odtehtajte od 0,5 do 1,0 g deleža za preizkušanje. Če je prisoten amoniak, dodajte nekaj vrelnih kamenčkov, postavite čašo v vakuumski izparilnik in ga odstranite z vodno črpalko, dokler vonj amoniaka ne bo več zaznaven (približno tri ure).

Dodajte 100 ml izopropanola, raztopite ali razpršite ostanek in titrirajte z 0,1 N raztopino klorovodikove kisline in izopropanolom (5.2.1.3) ter si pri tem zapisujte spremembe pH-vrednosti (5.2.2.2).

5.2.4 Izračun

Kakor v 5.1.4. Prva prevojna točka se očitno pojavi pri pH-vrednosti okoli 9.

5.3 Ponovljivost ⁽¹⁾

Pri vsebnosti natrijevega ali kalijevega hidroksida v obsegu 5 % m/m v obliki natrijevega hidroksida naj razlika med rezultati dveh vzporedno opravljenih določanj na istem vzorcu ne bi presegla absolutne vrednosti 0,25 %.

⁽¹⁾ Glej standard ISO/DIS 5725.

IV. KVALITATIVNO IN KVANTITATIVNO DOLOČANJE OKSALNE KISLINE IN NJENIH ALKALIJSKIH SOLI V IZDELKIH ZA NEGO LAS

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Spodaj opisana metoda je primerna za kvalitativno in kvantitativno določanje oksalne kisline in njenih alkalijskih soli v izdelkih za nego las. Lahko se uporabi za brezbarvne vodne/alkoholne raztopine in losjone, ki vsebujejo približno 5 % oksalne kisline ali ekvivalentno količino alkalijskega oksalata.

2. OPREDELITEV

Vsebnost oksalne kisline in/ali njenih alkalijskih soli, določena s to metodo, je izražena kot masni odstotek ($\frac{m}{m}$) proste oksalne kisline v vzorcu.

3. PRINCIP

Po odstranitvi morebitnih anionskih površinsko aktivnih snovi s p-toluidin vodikovim kloridom se oksalna kislina in/ali oksalati oborijo s kalcijevim oksalatom, nato pa se raztopina filtrira. Oborina se raztopi v žveplovni kislini in titrira s kalijevim permanganatom.

4. REAGENTI

Vsi reagenti morajo biti analitsko čisti.

- 4.1 5-odstotna ($\frac{m}{m}$) raztopina amonijevega acetata
- 4.2 10-odstotna ($\frac{m}{m}$) raztopina kalcijevega klorida
- 4.3 95-odstotni (V/V) etanol
- 4.4 Ogljikov tetraklorid
- 4.5 Dietileter
- 4.6 6,8-odstotna ($\frac{m}{m}$) raztopina p-toluidin dihidroklorida
- 4.7 0,1 N raztopina kalijevega permanganata
- 4.8 20-odstotna ($\frac{m}{m}$) žveplova kislina
- 4.9 10-odstotna ($\frac{m}{m}$) klorovodikova kislina
- 4.10 Natrijev acetat trihidrat
- 4.11 Ledocetna kislina
- 4.12 Žveplova kislina (1: 1)
- 4.13 Nasičena raztopina barijevega hidroksida

5. APARATURA

- 5.1 Liji ločniki, 500 ml
- 5.2 Čaše, 50 ml in 600 ml
- 5.3 Stekleni filtrirni lončki, G-4
- 5.4 Merilni valji, 25 ml in 100 ml
- 5.5 Pipete, 10 ml
- 5.6 Presesalne buče, 500 ml
- 5.7 Vodna črpalka
- 5.8 Termometer, od 0 do 100 °C
- 5.9 Magnetno mešalo z grelnim elementom
- 5.10 Magnetne mešalne paličice s teflonsko prevleko
- 5.11 Bireta, 25 ml
- 5.12 Erlenmajerice, 250 ml

6. POSTOPEK

- 6.1 V 50-mililitrsko čašo odtehtajte od 6 do 7 g vzorca, naravnajte pH-vrednost na 3 z dodajanjem razredčene klorovodikove kisline (4.9) in s 100 ml destilirane vode izperite v lij ločnik. Zaporedoma dodajajte 25 ml etanola (4.3), 25 ml raztopine p-toluidin dihidroklorida (4.6) in od 25 do 30 ml ogljikovega tetraklorida (4.4) ter mešanico močno pretresite.
- 6.2 Po ločitvi faz odstranite spodnjo (organsko) fazo in ponovite ekstrakcijo z uporabo reagentov, omenjenih v 6.1, in znova odstranite organsko fazo.
- 6.3 Vodno raztopino izperite v 600-mililitrsko čašo in s segrevanjem raztopine odstranite še morebitni ogljikov tetraklorid.

- 6.4 Dodajte 50 ml raztopine amonijevega acetata (4.1), raztopino segrejte do vrelišča (5.9) in v vrelo raztopino zamešajte 10 ml vroče raztopine kalcijevega klorida (4.2); nato pustite, da se oborina posede.
- 6.5 Z dodajanjem nekaj kapljic raztopine kalcijevega klorida (4.2) preverite, ali je obarjanje končano, in pustite, da se raztopina ohladi do sobne temperature, nato pa vmešajte 200 ml etanola (4.3); (5.10) pustite stati 30 minut.
- 6.6 Tekočino filtrirajte skozi steklen filtrirni lonček (5.3), oborino prenesite skupaj z majhno količino vroče vode (od 50 do 60 °C) v filtrirni lonček in jo izperite s hladno vodo.
- 6.7 Oborino petkrat izperite z malo etanola (4.3) in nato petkrat z malo dietiletra (4.5) ter jo raztopite v 50 ml vroče žveplove kisline (4.8), tako da jo spustite skozi filtrirni lonček pod znižanim tlakom.
- 6.8 Raztopino brez izgub prenesite v erlenmajerico (5.11) in jo titrirajte z raztopino kalijevega permanganata (4.7) do rahlega rožnatega obarvanja.

7. IZRAČUN

Vsebina vzorca, izraženo kot masni odstotek oksalne kisline, se izračuna po formuli:

$$\% \text{ oksalne kisline} = \frac{A \times 4,50179 \times 100}{E \times 1\,000},$$

v kateri je:

A porabljen 0,1 N kalijev permanganat, izmerjen v skladu s 6.8;

E preskusna količina vzorca v gramih (6.1);

4,50179 recipročni stehiometrijski faktor oksalne kisline.

8. PONOVLJIVOST ⁽¹⁾

Pri približno 5-odstotni vsebnosti oksalne kisline naj razlika med rezultati dveh določanj, vzoredno opravljenih na istem vzorcu, ne bi presegla absolutne vrednosti 0,15 %.

9. KVALITATIVNO DOLOČANJE

9.1 Princip

Oksalna kislina in/ali oksalati se obarjajo kot kalcijev oksalat in raztopijo v žveplove kislini. Raztopini se doda malo raztopine kalijevega permanganata, ki se razbarva in povzroči nastajanje ogljikovega dioksida. Ko se nastali ogljikov dioksid spusti skozi raztopino barijevega hidroksida, nastane bela oborina (mlečnost) barijevega karbonata.

9.2 Postopek

- 9.2.1 Obravnavajte del vzorca, namenjenega analizi, kakor je opisano v oddelkih od 6.1 do 6.3; s tem boste odstranili vse prisotne detergente.
- 9.2.2 Približno 10 ml raztopine, pridobljene v skladu z 9.2.1, dodajte zvrhano žličko natrijevega acetata (4.10) in raztopino nakisajte z nekaj kapljicami ledocetne kisline (4.11).
- 9.2.3 Dodajte 10-odstotno raztopino kalcijevega klorida (4.2) in filtrirajte. Oborino kalcijevega oksalata raztopite v 2 ml žveplove kisline (1: 1) (4.12).
- 9.2.4 Raztopino prenesite v epruveto in po kapljicah dodajte približno 0,5 ml 0,1 N raztopine kalijevega permanganata (4.7). Če je prisoten oksalat, se raztopina razbarva najprej postopoma, nato pa zelo hitro.
- 9.2.5 Takoj po dodajanju kalijevega permanganata postavite ustrezno stekleno epruveto z zamaškom, vsebino malce segrejte in zberite nastali ogljikov dioksid v nasičeni raztopini barijevega hidroksida (4.13). Nastanek mlečnega oblaka barijevega karbonata po treh do petih minutah kaže prisotnost oksalne kisline.

⁽¹⁾ Glej standard ISO/DIS 5725.

V. KVANTITATIVNO DOLOČANJE Kloroforma v zobni kremi

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Ta metoda se uporablja za kvantitativno določanje kloroforma v zobni kremi s plinsko kromatografijo in je primerna za določanje kloroforma pri vsebnosti 5 % ali manj.

2. OPREDELITEV

Vsebnost kloroforma, določena s to metodo, se izrazi kot masni odstotek v izdelku.

3. PRINCIP

Zobna krema se suspendira v mešanici dimetilformamida/metanola, ki se ji doda znana količina acetonitrila kot interni standard. Po centrifugiranju se del tekoče faze nameni za plinsko kromatografijo in izračuna vsebnost kloroforma.

4. REAGENTI

Vsi reagenti naj bi bili analitsko čisti.

4.1 Porapak Q, chromosorb 101 ali ekvivalentno polnilo, od 80 do 100 (mesh).

4.2 Acetonitril

4.3 Kloroform

4.4 Dimetilformamid

4.5 Metanol

4.6 Raztopina internega standarda

V 50-mililitrsko standardno stekleničko odpipetirajte 5 ml dimetilformamida (4.4) in dodajte približno 300 mg (M mg) natančno stehtanega acetonitrila. Do oznake dopolnite z dimetilformamidom in premešajte.

4.7 Raztopina za določanje relativnega faktorja odziva. V 10-mililitrsko stekleničko odpipetirajte natančno 5 ml raztopine internega standarda (4.6) in dodajte približno 300 mg (M_1 mg) natančno stehtanega kloroforma. Do oznake dopolnite z dimetilformamidom in premešajte.

5. APARATURA IN OPREMA

5.1 Analitska tehnica

5.2 Plinski kromatograf s plamensko ionizacijskim detektorjem

5.3 Mikrobrizga s prostornino od 5 do 10 μ l in stopnjevanjem po 0,1 μ l.

5.4 Polnilne pipete s prostornino 1,4 in 5 ml.

5.5 Volumetrične stekleničke, 10 in 50 ml.

5.6 Epruvete za približno 20 ml s pokrovčki z navojem, Sovirel France št. 20 ali podobne. Zamaški imajo notranjo pečatno ploščico, ki je na eni strani prekrita s teflonom.

5.7 Centrifuga

6. POSTOPEK

6.1 Ustrezne razmere za plinsko kromatografijo

6.1.1 Material kolone: steklo,

dolžina: 150 cm,

notranji premer: 4 mm,

zunanji premer: 6 mm.

6.1.2 Kolono napolnite s porapakom Q, chromosorbom 101 ali z ekvivalentnim polnilom od 80 do 100 mesh (4.1) z uporabo vibratorja.

6.1.3 Plamensko-ionizacijski detektor: njegovo občutljivost nastavite tako, da bo pri vbrizganju 3 μ l raztopine 4.7 višina vrha za acetonitril na približno treh četrtinah celotnega možnega odklona lestvice.

6.1.4 *Plini:*

nosilni plin, dušik, pretok 65 ml/min.

dodatni: naravnajte pretok plinov do detektorja tako, da bo pretok zraka ali kisika od pet- do desetkrat večji od pretoka vodika.

6.1.5 *Temperature:*

vbrizgalni del:	210 °C
detekcijski del:	210 °C
temperatura kolone:	175 °C

6.1.6 *Pretok:*

približno 100 cm na uro.

6.2 **Priprava vzorca**

Iz neodprte epruvete vzemite vzorec za analizo. Odstranite tretjino vsebine, epruveto spet zamažite, njeno vsebino previdno premešajte in odvzemite delež za preizkušanje.

6.3. **Določanje**

6.3.1 V epruveto s pokrovčkom z navojem (5.6) na 10 mg natančno odtehtajte od 6 do 7 g (M_0 g) zobne kreme, pripravljene v skladu z oddelkom 6.2., in dodajte tri majhna steklena zrna.

6.3.2 V epruveto odpipetirajte natančno 5 ml raztopine internega standarda (4.6), 4 ml dimetilformamida (4.4) in 1 ml metanola (4.5), jo zaprite in premešajte.

6.3.3 Z mehanskim mešalom stresajte pol ure in 15 minut centrifugirajte zaprto epruveto pri taki hitrosti, ki bo omogočila jasno ločitev faz.

Opomba: Občasno se zgodi, da je tekoča faza po centrifugiranju še vedno motna. Izboljšanje dosežemo tako, da dodajamo od 1 do 2 g natrijevega klorida tekoči fazi, pustimo, da se ustali, in znova centrifugiramo.

6.3.4 Pod pogoji, opisanimi v oddelku 6.1, vbrizgajte 3 µl te raztopine (6.3.3). Postopek ponovite. Pri upoštevanju zgoraj opisanih pogojev se lahko kot vodilne vrednosti uporabijo naslednji retenzijski časi:

metanol:	približno ena minuta,
acetonitril:	približno 2,5 minute,
kloroform:	približno šest minut,
dimetilformamid:	> 15 minut.

6.3.5 *Določanje relativnega faktorja odziva*

Za določanje tega faktorja vbrizgajte 3 µl raztopine 4.7. Postopek ponovite. Vsak dan določite relativni faktor odziva.

7. **IZRAČUNI**7.1 **Izračunavanje relativnega odziva**

7.1.1 Izmerite višino in širino na polovici višine vrhov acetonitrila in kloroforma ter izračunajte površino obeh vrhov ob uporabi formule: višina x širina na polovici višine.

7.1.2 Določite površino vrhov za acetonitril in kloroform v kromatogramih, dobljenih v skladu z oddelkom 6.3.5, in izračunajte relativni odziv f_s po naslednji formuli:

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

v kateri je:

f_s = relativni odziv kloroforma;

A_s = površina vrha kloroforma (6.3.5);

A_i = površina vrha acetonitrila (6.3.5);

M_s = količina kloroforma v mg na 10 ml raztopine, omenjene v oddelku 6.3.5 (= M_1);

M_i = količina acetonitrila v mg na 10 ml raztopine, omenjene v 6.3.5 (= $\frac{1}{10} M$).

Izračunajte povprečje dobljenih vrednosti.

7.2. Izračun vsebnosti kloroforma

7.2.1 V skladu s točko 7.1.1 izračunajte površino vrhov kloroforma in acetonitrila v kromatogramih, dobljenih s postopkom, opisanim v 6.3.4.

7.2.2 Izračunajte vsebnost kloroforma v zobni kremi po naslednji formuli:

$$\% X = \frac{A_s \cdot M_i}{f_s \cdot M_{sx} \cdot A_i} \cdot 100 \% = \frac{A_s \cdot M}{f_s \cdot A_i \cdot M_0 \cdot 100},$$

v kateri je:

% X = vsebnost kloroforma v zobni kremi, izražena z maso;

A_s = površina vrha kloroforma (6.3.4);

A_i = površina vrha acetonitrila (6.3.4);

M_{sx} = masa vzorca, omenjenega v oddelku 6.3.1 (= 1 000. M_0), v mg;

M_i = količina acetonitrila v mg na 10 ml raztopine, pridobljene v skladu z oddelkom 6.3.2 (1/10 M).

Izračunajte povprečje odkritih stopenj in izrazite rezultat na 0,1 % natančno.

8. PONOVLJIVOST ⁽¹⁾

Pri približno 3-odstotni vsebnosti kloroforma naj razlika med rezultati dveh vzporednih določitev, opravljenih na istem vzorcu, ne bi smela presegati absolutne vrednosti 0,3 %.

VI. KVANTITATIVNO DOLOČANJE CINKA

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Ta metoda je primerna za določanje cinka, prisotnega v obliki klorida, sulfata ali 4-hidroksibenzensulfonata, ali prisotnega v skupku več teh cinkovih soli v kozmetičnih izdelkih.

2. OPREDELITEV

Vsebnost cinka v vzorcu se določi gravimetrično kot bis(2-metil-8-kinolin oksid) in je izražena kot masni odstotek cinka v vzorcu.

3. PRINCIP

Cink, prisoten v raztopini, se obori v kislem mediju kot cink bis (2-metil-8-kinolil oksid). Po filtraciji se oborina osuši in stehta.

4. REAGENTI

Vsi reagenti bi morali biti analitsko čisti.

4.1 25-odstotni (m/m) koncentrirani amoniak; $d \frac{20}{4} = 0,91$

4.2 Ledocetna kislina

4.3 Amonijev acetat

4.4 2-metilkinolin-8-ol

4.5 6-odstotna (m/v) raztopina amoniaka

Prenesite 240 g koncentriranega amoniaka (4.1) v 1 000-mililitrsko standardno stekleničko, do oznake dolijte destilirano vodo in premešajte.

4.6 0,2 M raztopina amonijevega acetata

V destilirani vodi raztopite 15,4 g amonijevega acetata (4.3), dolijte do oznake v 1 000-mililitrski steklenički in premešajte.

4.7 Raztopina 2-metilkinolin-8-ola

V 12 ml ledocetne kisline raztopite 5 g 2-metilkinolin-8-ola in z destilirano vodo prenesite v 100-mililitrsko standardno stekleničko. Do oznake dopolnite z destilirano vodo in premešajte.

5. APARATURA IN OPREMA

5.1 Standardne stekleničke, 100 in 1 000 ml

5.2 Čaše, 400 ml

5.3 Merilni valji, 50 ml in 150 ml

5.4 Merilne pipete, 10 ml

⁽¹⁾ Glej standard ISO/DIS 5725.

- 5.5 Stekljeni filtrirni lončki G-4
- 5.6 Presesalne buče, 500 ml
- 5.7 Vodna črpalka
- 5.8 Termometer z merilno lestvico od 0 do 100 °C
- 5.9 Eksikator z ustreznim izparilnim sredstvom in indikatorjem vlažnosti, tj. silikagelom ali podobnim indikatorjem vlažnosti
- 5.10 Sušilnik, naravnan na temperaturo 150 ± 2 °C
- 5.11 pH-meter
- 5.12 Vroča plošča

6. POSTOPEK

- 6.1 V 400-mililitrsko čašo odtehtajte od 5 do 10 g (M gramov) vzorca, namenjenega za analizo, ki vsebuje približno od 50 do 100 mg cinka, dodajte 50 ml destilirane vode in premešajte.
- 6.2 Za vsakih 10 mg cinka, prisotnega v raztopini (6.1), dodajte 2 ml raztopine 2- metilkinolin-8-ola (4.7) in premešajte.
- 6.3 Mešanico razredčite s 150 ml destilirane vode, povišajte njeno temperaturo na 60 °C (5.12) in med nenehnim mešanjem dodajte 45 ml 0,2 M raztopine amonijevega acetata (4.6).
- 6.4 Ob nenehnem mešanju uravnajte pH-vrednost raztopine na 5,7 do 5,9 s 6-odstotno raztopino amoniaka (4.5); za merjenje pH-vrednosti raztopine uporabite pH-meter.
- 6.5 Raztopino pustite stati 30 minut. Z vodno črpalko jo filtrirajte skozi stekleni filtrirni lonček s filtrom G-4, ki je bil prej osušen (150 °C) in stehtan po hlajenju (M_0 gramov), ter izperite oborino s 150 ml destilirane vode pri 95 °C.
- 6.6 Filtrirni lonček postavite v sušilnik s temperaturo, nastavljeno na 150 °C, in oborino sušite eno uro.
- 6.7 Filtrirni lonček odstranite iz sušilnika, ga postavite v eksikator (5.9), in ko se ohladi na sobno temperaturo, določite maso (M_1 gramov).

7. IZRAČUN

Izračunajte vsebnost cinka v vzorcu kot masni odstotek ($\% \frac{m}{m}$) po naslednji formuli:

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

v kateri je:

M = masa vzorca, odvzetega v skladu s 6.1, v gramih;

M_0 = masa praznega in suhega filtrirnega lončka (6.5), v gramih;

M_1 = masa filtrirnega lončka z oborino (6.7), v gramih;

8. PONOVLJIVOST ⁽¹⁾

Pri približno 1- odstotni ($\frac{m}{m}$) vsebnosti cinka naj razlika med rezultati dveh vzporednih določitev istega vzorca ne bi presegla absolutne vrednosti 0,1 %.

VII. KVANTITATIVNO IN KVALITATIVNO DOLOČANJE 4-HIDROKSIBENZENSULFONSKE KISLINE

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Ta metoda je primerna za kvalitativno in kvantitativno določanje 4-hidroksibenzensulfonske kisline v kozmetičnih izdelkih, kakršni so aerosoli in losjoni za obraz.

2. OPREDELITEV

Vsebnost 4-hidroksibenzensulfonske kisline, določene v skladu s to metodo, se izrazi kot masni odstotek brezvodnega cinkovega 4-hidroksibenzensulfonata v izdelku.

⁽¹⁾ ISO/DIS 5725.

3. PRINCIP

Dlež za preizkušanje se koncentrira pod znižanim tlakom, raztopi v vodi in prečisti z ekstrakcijo s kloroformom. Določanje 4-hidroksibenzensulfonske kisline se opravi jodometrično na alikvotu filtrirane vodne raztopine.

4. REAGENTI

Vsi reagenti naj bi bili analitsko čisti.

4.1 36-odstotna ($\frac{m}{m}$) koncentrirana klorovodikova kislina $\left(d \frac{20}{4} = 1 \cdot 18\right)$

4.2 Kloroform

4.3 Butanol-1-ol

4.4 Ledocetna kislina

4.5 Kalijev jodid

4.6 Kalijev bromid

4.7 Natrijev karbonat

4.8 Sulfanilna kislina

4.9 Natrijev nitrit

4.10 0,1 N kalijev bromat

4.11 0,1 N raztopina natrijevega tiosulfata

4.12 1-odstotna ($\frac{m}{v}$) vodna raztopina škroba

4.13 2-odstotna ($\frac{m}{v}$) vodna raztopina natrijevega karbonata

4.14 4,5-odstotna ($\frac{m}{v}$) vodna raztopina natrijevega nitrata

4.15 0,05-odstotna ($\frac{m}{v}$) raztopina ditizona v kloroformu

4.16 Topilo za razvijanje: butan-1-ol/led očetna kislina/voda (4: 1: 5 prostorninskih delov); po stresanju v liju ločniku odstranite spodnjo fazo.

4.17 Paulijev reagent

Med segrevanjem raztopite 4,5 g sulfanilne kisline (4.8) v 45 ml koncentrirane klorovodikove kisline (4.1) in razredčite raztopino z vodo do 500 ml. V posodi z ledeno hladno vodo ohladite 10 ml raztopine in med mešanjem dodajte 10 ml hladne raztopine natrijevega nitrata (4.14). Pustite raztopino stati 15 minut pri 0 °C (pri tej temperaturi ostane stabilna od enega do tri dni) in tik pred razprševanjem (7.5) dodajte 20 ml raztopine natrijevega karbonata (4.13).

4.18 Za uporabo pripravljene celulozne plošče za tankoplastno kromatografijo, format 20 x 20 cm, debelina adsorpcijskega sloja je 0,25 mm;

5. APARATURA IN OPREMA

5.1 Stekleničke z ovalnim dnom in steklenim zamaškom na dnu, 100 ml

5.2 Lij ločnik, 100 ml

5.3 Erlenmajerica s steklenim zamaškom, 250 ml

5.4 Bireta, 25 ml

5.5 Polnilne pipete, 1, 2 in 10 ml

5.6 Pipeta, 5 ml

5.7 Mikrobrizga, 10 μ l z 0,1-mikrolitrsko lestvico

5.8 Termometer z merilno lestvico od 0 do 100 °C

5.9 Vodna kopel, opremljena z grelnim elementom

5.10 Sušilnik, dobro prezračen in nastavljen na 80 °C

5.11 Običajna naprava za tankoplastno kromatografijo

6. PRIPRAVA VZORCA

Pri metodi za kvalitativno in kvantitativno določanje hidroksibenzensulfonske kisline v aerosolih, opisani spodaj, se uporabi ostanek, dobljen s spuščanjem topil iz pločevinke aerosola in potisnih plinov, ki pri normalnem tlaku izhlapijo.

7. KVALITATIVNA DOLOČITEV

7.1 Z mikrobrizgo (5.7) dodajte 5 μ l ostanka (6) ali vzorca na vsako izmed šestih točk na začetni črti v medsebojni razdalji 1 cm od spodnjega roba tankoplastne plošče (4.18).

7.2 Postavite ploščo v razvijalno kad, ki že vsebuje topilo za razvijanje (4.16), in razvijajte, dokler topilo ne pride 15 cm od začetne črte.

7.3 Odstranite ploščo iz kopeli in jo sušite pri 80 °C, dokler ni več zaznati hlapov očetne kisline. Ploščo napršite z raztopino natrijevega karbonata (4.13) in jo posušite na zraku.

7.4 Polovico plošče pokrijte s stekleno ploščo in napršite odkriti del z 0,05-odstotno raztopino ditizona (4.15). Pojavljanje škrlatno rdečih lis v kromatogramu kaže prisotnost cinkovih ionov.

7.5 Napršeno polovico plošče pokrijte s stekleno ploščo in na drugo polovico napršite s Paulijevim reagentom (4.17). Prisotnost 4-hidroksibenzensulfonske kisline se kaže s pojavljanjem rumenkasto rjave lise z vrednostjo R_f približno 0,26, medtem ko rumena lisa z vrednostjo R_f približno 0,45 v kromatogramu kaže prisotnost 3-hidroksibenzensulfonske kisline.

8. KVANTITATIVNO DOLOČANJE

8.1 V 100-mililitrsko stekleničko z ovalnim dnom odtehtajte 10 g vzorca ali ostanka (6) in ga izparite skoraj do suhega pod vakuumom v rotavaporju prek vodne kopeli, ki jo vzdržujemo pri 40 °C.

8.2 V stekleničko odpipetirajte 10,0 ml (V_1 ml) vode in s segrevanjem raztopite ostanek pri izparevanju (8.1).

8.3 Kvantitativno prenesite raztopino v lij ločnik (5.2) in dvakrat ekstrahirajte vodno raztopino z 20-mililitrskim deležem kloroforma (4.2). Po vsakem ekstrahiranju odstranite fazo s kloroformom.

8.4 Filtrirajte vodno raztopino skozi naguban filtrirni papir. Glede na vsebnost hidroksi benzensulfonske kisline odpipetirajte 1,0 ali 2,0 ml (V_2) filtrata v 250-mililitrsko erlenmajerico (5.3) in ga z vodo razredčite na 75 ml.

8.5 Dodajte 2,5 ml 36-odstotne klorovodikove kisline (4.1) in 2,5 g kalijevega bromida (4.6), premešajte in raztopino v vodni kopeli segrejte do 50 °C.

8.6 Iz birete dodajte 0,1 N kalijev bromat (4.10), dokler se raztopina, ki je še vedno pri 50 °C, ne obarva rumeno.

8.7 Dodajte še 3,0 ml raztopine kalijevega bromata (4.10), zamašite stekleničko in jo pustite stati 10 minut v vodni kopeli pri 50 °C.

Če se po 10 minutah raztopina razbarva, dodajte še 2,0 ml raztopine kalijevega bromata (4.10), zamašite stekleničko in segrevajte 10 minut v vodni kopeli pri 50 °C. Zapišite si skupno količino dodane raztopine kalijevega bromida (a).

8.8 Raztopino ohladite na sobno temperaturo, dodajte 2 g kalijevega jodida (4.5) in premešajte.

8.9 Titrirajte nastali jod z 0,1 N raztopino natrijevega tiosulfata (4.11). Proti koncu titracije dodajte kot indikator še nekaj kapljic škrobove raztopine (4.12). Zapišite si količino porabljenega tiosulfata (b).

9. IZRAČUN

Izračunajte vsebnost cinkovega hidroksibenzensulfonata v vzorcu ali ostanku (6) kot masni odstotek (% m/m) z uporabo naslednje formule:

$$\% m/m \text{ cinkovega hidroksibenzensulfonata} = \frac{(a - b) \times V_1 \times 0,00514 \times 100}{m \times V_2},$$

v kateri je:

a = celotna količina dodane 0,1 N raztopine kalijevega bromata v mililitrih (8.7);

b = količina raztopine 0,1 N natrijevega tiosulfata v mililitrih, porabljenega za povratno titracijo (8.9),

m = količina analiziranega izdelka ali ostanka, izražena v miligramih (8.1),

V_1 = prostornina (volumen) raztopine, dobljene v skladu z 8.2, izražena v mililitrih,

V_2 = prostornina (volumen) raztopljenega ostanka po izparevanju, uporabljenega za analizo (8.4), izražena v mililitrih.

Opomba: Pri aerosolih se mora rezultat merjenja v % (m/m), ostanka (6) izraziti v enotah originalnega izdelka. Za to pretvorbo je narejeno napotilo na pravila vzorčenja aerosolov.

10. PONOVLJIVOST ⁽¹⁾

Pri približno 5-odstotni vsebnosti cinkovega hidroksibenzensulfonata naj razlika med rezultati dveh določanj, opravljenih na istem vzorcu, ne bi presegla absolutne vrednosti 0,5 %.

11. RAZLAGA REZULTATOV

Po direktivi Sveta 76/768/EGS glede kozmetičnih izdelkov je največja dovoljena koncentracija cinkovega 4-hidroksibenzensulfonata v losjonih za obraz in dezodorantih enaka 6 % ($\frac{m}{m}$). To pomeni, da mora biti poleg vsebnosti hidroksibenzensulfonske kisline določena tudi vsebnost cinka. Množenje izračunane vsebnosti cinkovega hidroksibenzensulfonata (9) s količnikom 0,1588 da najmanjšo vsebnost cinka v % ($\frac{m}{m}$), ki mora biti teoretično prisotna v izdelku glede na izmerjeno vsebnost hidroksibenzensulfonske kisline. Vsebnost cinka pa je lahko pri dejanskem gravimetričnem merjenju (glej ustrezne določbe) večja, ker se lahko v kozmetičnih izdelkih uporabljata tudi cinkov klorid in cinkov sulfat.

⁽¹⁾ Glej standard ISO/DIS 5725.