31983L0514

24.10.1983 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* L 291/9

IT-TIELET DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI

tas-27 ta' Settembru 1983

dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li jirrigwardjaw il-metodi ta' analiżi neċessarji biex tiġi ċċekkjata l-kompożizzjoni ta' prodotti kosmetiċi

(83/514/KEE)

IL-KUMMISSJONI TA' KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi l-Komunita Ekonomika Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 76/786/KEE tas-27 ta' Lulju 1976 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri relatati mal-prodotti kosmetiċi [1], kif l-aħħar emendata bid-Direttiva 83/341/KEE [2], u b'mod partikolari l-Artikolu 8(1) tagħha,

Billi d-Direttiva 76/768/KEE titlob għall-verifika uffiċjali tal-prodotti kosmetiċi bl-għan li jiġi assigurat li l-kundizzjonijiet preskritti bid-dispożizzjonijiet tal-Komunità li jikkonċernaw il-kompożizzjoni ta' prodotti kosmetiċi huma sodisfatti;

Billi l-metodi kollha ta' l-analiżi neċessarji għandhom jiġu preskritti malajr kemm jista' jkun; Billi diġa ttieħdu żewġ passi lejn il-kisba ta' dan l-objettiv bid-definizzjoni ta' ċerti metodi fid-Direttivi tal-Kummissjoni 80/1335/KEE [3] u 82/434/KEE [4], fejn it-tielet pass għandu jikkonsisti fid-definizzjoni tal-metodi għad-determinazzjoni tad-*dichloromethane* u l-1,1,1-*trichloroethane* l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni tas-sulfat *quinolin*-8-ol and bis(8-*hydroxyquinolinium*), id-determinazzjoni ta' l-ammonja, l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni tan-*nitromethane*, l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' l-aċidu *mercaptoacetic* fi prodotti li jmewwġu x-xagħar, jillixxaw ix-xagħar u prodotti li jneħħu x-xagħar, l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' *hexachlorophene* (INN), id-determinazzjoni tas-sodju *tosylchloramide* (INN), id-determinazzjoni tal-fluworin kollu fi kremi dentali, l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' taħlitiet ta' organomerkurju, id-determinazzjoni ta' alkali u ta' trabijiet naturali sulfidi alkaliniċi;

Billi l-miżuri pprovduti f'din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat fuq l-Adattament tad-Direttiva 76/768/KEE għall-Progress Tekniku,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

L-Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jieħdu l-miżuri kollha neċessarji biex jassiguraw li matul il-verifiki uffiċjali ta' prodotti kosmetiċi:

— id-determinazzjoni tad-*dichloromethane* u l-1,1,1-*trichloroethane*,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni tal-*quinolin*-8-ol u s-sulfat bis(8-*hydroxyquinolinium*),

— id-determinazzjoni ta' l-ammonja,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni tan-*nitromethane*,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' l-aċidu *mercaptoacetic* fi prodotti li jmewġu x-xagħar, jillixxaw ix-xagħar u prodotti li jneħħu x-xagħar,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' *hexachlorophene* (INN),

— id-determinazzjoni tas-sodju *tosylchloramide* (INN),

— id-determinazzjoni tal-fluworin kollu fi kremi dentali,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' taħlitiet ta' organomerkurju,

(1) ĠU L 262, tas-27.09.1976. p. 169.
(2) ĠU L 188, tat-13.07.1983. p. 15.
(3) ĠU L 383, tal-31.12.1980. p. 27.
(4) ĠU L 185, tat-30.06.1982. p. 1.

— id-determinazzjoni ta' alkali u sulfidi *earth* alkaliċi,

jitwettqu skond il-metodi deskritti fl-Anness ta' hawnhekk.

L-Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, ir-regolamenti u d-dispożizzjonijiet amministrattivi neċessarji biex ikunu konformi ma' din id-Direttiva mhux aktar tard mill-31 ta' Diċembru 1984.

Huma għandhom minnufih jinfurmaw b'dan lill-Kummissjoni.

L-Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fis-27 ta' Settembru 1983.

Għall-Kummissjoni

Frans ANDRIESSEN

Membru tal-Kummissjoni

L-ANNESS

ID-DETERMINAZZJONI TA' *DICHLOROMETHANE* U 1,1,1-*TRICHLOROETHANE*

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddeskrivi d-determinazzjoni tad-*dichloromethane* (klorur tal-*methylene*) u l-1,1,1-*trichloroethane* (kloroform tal-*methyl*) fil-prodotti kosmetiċi kollha li għandhom tendenza li jkollhom dawn is-solventi.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' *dichloromethane* u 1,1,1-*trichloroethane* tal-kampjun iddeterminat skond dan il-metodu huwa espress f'perċentagg tal-massa.

3. PRINĊIPJU

Il-metodu juża l-kromatografija tal-gass bil-kloroform bħala standard intern.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom jkunu ta' purità analitika.

4.1. Kloroform ($CHCl_3$).

4.2. *Carbon tetrachloride* (CCl_4).

4.3. *Dichloromethane* (CH_2Cl_2).

4.4. 1,1,1-*trichloroethane* (CH_3CCl_3).

4.5. Aċetun.

4.6. Nitroġenu.

5. APPARAT

5.1. L-apparat normali ta' laboratorju.

5.2. Kromatografu tal-gass mgħammar bi strument li jsib il-konduttività termali.

5.3. Flixkun tat-trasferiment, 50 sa 100 ml (ara l-metodu tal-kampjun 5.3) [1].

5.4. Siringa tal-pressjoni tal-gass, 25 jew 50 µl (ara l-metodu ta' kif jittieħed il-kampjun 5.4.2.2) [1].

6. PROĊEDURA

6.1. Kampjun li fuqu ma saritx pressjoni: iżen il-kampjun b'akkuratezza ġo garafina konika b'tapp. Introduċi kwantità ta' kloroform ikkalkulata b'akkuratezza (4.1) bħala standard intern ekwivalenti tal-kwantità preżunta ta' *dichloromethane* u 1,1,1-*trichloroethane* li hemm fil-kampjun. Ħawwad sew.

[1] ĠU L 383, tal-31.12.1980. p. 27.

6.2. Kampjun li fuq ntużat pressjoni: uża l-metodu ta' kif jittieħed il-kampjun fil-kapitolu ta' kif jittieħed il-kampjun, imma bir-raffinar li ġej:

6.2.1. Wara li titrasferixxi kampjun ġo flixkun ta' trasferiment (5.3), introduċi mbagħad ġol-flixkun ta' trasferiment volum ta' kloroform (4.1) bħala standard intern ekwivalenti tal-kwantità preżunta ta' *dichloromethane* u/jew 1,1,1-*trichloroethane* li hemm fil-kampjun. Ħawwad sewwa. Laħlaħ il-volum mejjet tal-valvola bi 0,5 ml ta' carbon *tetrachloride* (4.2) Wara t-tnixxif, iddetermina bi preċiżjoni l-massa miżjuda ta' l-istandard intern b'differenza.

6.2.2. Wara li timla' s-siringa bil-kampjun, iż-żennuna tas-siringa għandha titnaddaf bin-nitroġenu (4.6) biex ma jibqa' l-ebda residwu qabel l-injezzjoni ġol-kromatografu.

6.2.3. Wara li jittieħed kull kampjun, is-superfiċi tal-valvola u tal-biċċa tat-trasferiment għandhom jitlaħalħu sewwa diversi drabi bl-aċetun (4.5) (uża, kif ikun hemm bżonn, siringa ipodermika) imbagħad imnixxfa sew bin-nitroġenu (4.6).

6.2.4. Għal kull analiżi, ħu l-qisien billi tuża żewġ fliexken ta' trasferiment differenti u ħames qisien għal kull flixkun.

7. KUNDIZZJONIJIET KROMATOGRAFIĊI

7.1. ***Prikolonnari***

Tubu: azzar inossidabbli.

Tul: 300 mm.

Dijametru: 3 jew 6 mm.

Ippakkjar: l-istess materjal użat għall-ippakkjar analitiku tal-kolonna.

7.2. ***Kolonna***

Il-fażi stazzjonarja hija magħmula minn *Hallcomid* M 18 fuq *chromosorb*. Il-kolonna trid tipproduċi reżoluzzjoni, "R", egwali jew aħjar minn 1,5, fejn:

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

FORMULA

r_1 u r_2 = l-ħinijiet ta' ritenzjoni (f'minuti),

W_1 u W_2 = il-wisgħat ta' l-apiċi f'nofs l-għoli (f'millimetri),

d' = il-veloċità tal-grafika (f'millimetri għal kull minuta).

7.3. Bħala eżempji, l-kolonni li ġejjin jipproduċu r-riżultati mfittxija:

Kolonna	*I*	*II*
Materjal:	Tubu ta' l-azzar inossidabbli	Tubu ta' l-azzar inossidabbli
Tul:	350 ċm	400 ċm
Dijametru:	3 mm	6 mm
Sostenn:		
chromosorb:	WAW	WAW-DMCS-HP
analiżi ta' l-għarbiel:	Malja 100 sa 120	Malja 60 sa 80
Fażi stazzjonarja:	*Hallcomid* M 18, 10 %	*Hallcomid* M 18, 20 %

Il-kundizzjonijiet tat-temperatura jvarjaw bħala funzjoni ta' l-apparat. Fl-eżempji, dawn ġew stabbiliti kif ġej:

Kolonna	*I*	*II*
Temperaturi:		
kolonna:	65 °C	75 °C
injettur:	150 °C	125 °C
strument li jsib:	150 °C	200 °C
Gass bħala portatur:		
Helium flow rate:	45 ml/min	60 ml/min
pressjoni *inlet*:	2,5 bar	2 bar
Injezzjoni:	15 µl	15 µl

8. TAĦLITA BIEX JIĠU STABBILITI L-FATTURI TA' RISPONS

Agħmel it-taħlita li ġejja kkalkulata b'akkuratezza ġo garafina konika b'tapp:

Dichloromethane (4.3), 30 % (m/m).
1,1,1-*trichloroethane* (4.4), 35 % (m/m).
Chloroform (4.1), 35 % (m/m)

9. KALKOLAZZJONIJIET

9.1. ***Il-kalkolu ta' fattur ta' rispons ta' sustanza "p" relattiva għal sustanza "a" magħżula bħala standard intern***

Ħalli l-ewwel sustanza tkun "p", meta:

k_p = il-fattur ta' rispons tagħha,

m_p = il-massa tagħha fit-taħlita,

A_p = iż-żona ta' l-apiċi tagħha.

Ħalli t-tieni sustanza tkun "a", meta:

k_a = il-fattur ta' rispons tagħha (magħmul egwali għall-unità),

M_a = il-massa tagħha fit-taħlita,

A_a = iż-żona ta' l-apiċi tagħha.

imbagħad:

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

Bħala eżempji, inkisbu l-fatturi ta' rispons li ġejjin (għall-kloroform: k = 1):

Dichloromethane: $k_1 = 0{,}78 \pm 0{,}03$

1,1,1-trichloroethane: $k_2 = 1{,}00 \pm 0{,}03$

9.2. ***Il-kalkolu l-% (m/m) tad-****dichloromethane* ***u l-1,1,1-****trichloroethane* ***preżenti fil-kampjun li għandu jiġi analizzat***

Ħalli:

m_a = il-massa (fi grammi) tal-kloroform introdott,

M_s = il-massa (fi grammi) tal-kampjun li għandu jiġi analizzat,

A_a = iż-żona ta' l-apiċi tal-kloroform,

A_1 = iż-żona ta' l-apiċi tad-*dichloromethane*,

A_2 = iż-żona ta' l-apiċi tal-1,1,1-*trichloroethane*,

imbagħad:

$$\%\ (m/m)\ CH_2Cl_2 = \frac{m_p \times A_1 \times k_1 \times 100}{A_a \times M_s}$$

$$\%\ (m/m)\ CH_3CCl_3 = \frac{m_p \times A_2 \times k_2\ X\ 100}{A_a \times M_s}$$

10. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għal kontenut ta' *dichloromethane* u/jew 1,1,1-*trichloroethane* ta' 25 % (m/m), id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet magħmula b'mod parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 2,5 % (m/m)

([1]) Norm ISO 5725.

L-IDENTIFIKAZZJONI U D-DETERMINAZZJONI TAL-*QUINOLIN*-8-OL U S-SULFAT BIS(8-*HYDROXYQUINOLINIUM*)

1. FIRXA U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddeskrivi l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni kwantitattiva tal-*quinolin*-8-ol u s-sulfat tiegħu.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' *quinolin*-8-ol u s-sulfat bis(8-*hydroxyquinolinium*) ta' kampjun kif iddeterminat b'dan il-metodu huwa espress f'perċentagg tal-massa tal-*quinolin*-8-ol.

3. PRINĊIPJU

3.1. ***Identifikazzjoni***

L-identifikazzjoni hi bi kromatografija ta' saff baxx.

3.2. ***Determinazzjoni***

Id-determinazzjoni hi magħmula bi spettrofotometrija fi 410 nm tal-kumpless miksub b'reazzjoni ma' soluzzjoni ta' *Fehling*.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. *Quinolin*-8-ol.

4.2. Benżin. Minħabba t-tossiċità tiegħu, wieħed irid joqgħod attent ħafna waqt l-użu tal-benżin.

4.3. Kloroform.

4.4. Soluzzjoni akweja ta' l-idrossidu tas-sodju, 50 % (m/m).

4.5. Pentaidrat ta' sulfat tar-ram.

4.6. Tartrat tas-sodju tal-potassju.

4.7. Aċidu idrokloriku M.

4.8. Aċidu sulfuriku 0,5 M.

4.9. Soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju M.

4.10. Etanol.

4.11. Butan-1-ol.

4.12. Aċidu aċetiku glaċjali.

4.13. Aċidu idrokloriku 0,1.

4.14. "*Celite* 545" jew ekwivalenti.

4.15. ***Soluzzjonijiet standard***

4.15.1. Iżen 100 mg ta' *quinolin*-8-ol (4.1) ġo garafina normali ta' 100 ml. Dewweb fi ftit aċidu sulfuriku (4.8). Żid sal-marka bl-aċidu sulfuriku (4.8).

4.15.2. Iżen 100 mg ta' *quinolin*-8-ol ġo garafina normali ta' 100 ml. Dewweb fl-etanol (4.10). Żid sal-marka bl-etanol (4.10) u ħawwad.

4.16. ***Soluzzjoni ta'*** *Fehling*

Soluzzjoni A

Iżen 7 g ta' pentaidrat ta' sulfat tar-ram (4.5) ġo garafina normali ta' 100 ml. Dewweb fi ftit ilma. Żid sal-marka bl-ilma u ħawwad.

Soluzzjoni B

Iżen 35 g ta' tartrat tas-sodju tal-potassju (4.6) ġo garafina normali ta' 100 ml. Dewweb f'50 ml ta' ilma. Żid 20 ml ta' idrossidu tas-sodju (4.4). Żid sal-marka bl-ilma u ħawwad. Immedjatament qabel l-użu, itfa' permezz ta' pipetta 10 ml tas-soluzzjoni A u 10 ml tas-soluzzjoni B ġo garafina normali ta' 100 ml. Żid sal-marka u ħawwad.

4.17. ***Solventi ta' elużjoni għall-kromatografija ta' saff baxx***

I: Butan-1-ol (4.11)/aċidu aċetiku (4.12)/ilma (80: 20: 20; v/v/v).

II: Kloroform (4.13)/aċidu aċetiku (4.12) (95: 5; v/v).

4.18. 2,6-*dichloro*-4-(*chloroimino*)*cyclohexa*-2,5-*dienone*, soluzzjoni ta' 1 % (m/v) fl-etanol (4.10).

4.19. Karbonat tas-sodju, soluzzjoni ta' 1 % (m/v) fl-ilma.

4.20. Etanol (4.10), soluzzjoni ta' 30 % (v/v) fl-ilma.

4.21. *Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate*, soluzzjoni ta' 5 % (m/v) fl-ilma.

4.22. ***Soluzzjoni buffer, pH 7.***

Iżen 27 g ta' *potassium dihydrogenorthophosphate anhydrous* u 70 g ta' *dipotassium hydrogenorthophosphate trihydrate* ġo flixkun standard ta' litru. Żid sal-marka bl-ilma.

4.23. ***Pjanċi ippreparati ta' saff baxx***

Pjanċi lesti ta' saff baxx ta' ħxuna ta' 0,25 mm (eż. *Merck Kieselgel* 60 jew ekwivalenti). Qabel l-użu, roxx b'10 ml tar-reaġent (4.21) u nixxef fi 80 °C.

5. APPARAT

5.1. Garafina tal-qiegħ tond ta' 100 ml bl-għonq tal-ħġieġ matt.

5.2. Garafini normali.

5.3. Pipetti ggradwati, 10 u 5 ml.

5.4. Pipetti tal-boċċa, 20, 15, 10 u 5 ml.

5.5. Lmbiebet ta' separazzjoni, 100, 50 u 25 ml.

5.6. Karta tal-filtru ppjegata, dijametru 90 mm.

5.7. Evaporatur ċirkolari.

5.8. Kondensatur tar-rifluss b'għonq tal-ħġieġ matt.

5.9. Spettrofotometru.

5.10. Ċellula ottika ta' tul tal-linja ta' 10 mm.

5.11. Apparat li jħawwad għal fuq il-*Hotplate*.

5.12. Dimensjonijiet tal-kolonna tal-kromatografija tal-ħġieġ: twila 160 mm b'dijametru ta' 8 mm, restrizzjoni fit-tarf ta' isfel li fih tapp tal-*glass-wool*, u adapter fit-tarf ta' fuq għall-applikazzjoni tal-pressjoni.

6. PROĊEDURA

6.1. ***Identifikazzjoni***

6.1.1. *Kampjuni likwidi*

6.1.1.1. Il-pH tal-kampjun tal-verifika huwa aġġustat għal 7.5 u 10 µl huma mmarkati fuq il-linja tat-tluq ta' pjanċa ta' saff baxx tal-ġelatina tas-silika li tkun ġiet ittrattata minn qabel (4.23).

6.1.1.2. 10 u 30 µl tas-soluzzjoni standard (4.15.2) huma mmarkat fuq żewġ punti oħra tal-linja tat-tluq, fejn wara l-pjanċa hija żviluppata f'wieħed miż-żewġ eluenti (4.17).

6.1.1.3. Meta l-parti ta' quddiem tas-solvent tkun avvanzat 150 mm, il-pjanċa hi mnixxfa f'110 °C (għal 15-il minuta). Taħt lampa UV (366 nm) il-marki tal-*quinolin*-8-ol juru fluworexxenza sofor.

6.1.1.4. Roxx il-pjanċa bis-soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju (4.19). Nixxef u roxx bis-soluzzjoni 2,6-*dichloro*-4-(*caloroimino*)*cyclohexa*-2,5-dienone (4.18). Il-*quinolin*-8-ol jidher bħala marka kaħlanija.

6.1.2. *Kampjuni jew kremi solidi*

6.1.2.1. Xerred 1 g tal-kampjun f'5 ml tas-soluzzjoni *buffer* (4.22). Imbagħad ittrasferixxi b'10 ml ta' kloroform (4.3) ġo lembut tas-separazzjoni u ħawwad. Wara s-separazzjoni tas-saff tal-kloroform, is-saff akweju huwa estratt darbtejn oħra b'10 ml ta' kloroform (4.3). Evapora l-estratti tal-kloroform imħallat u ffiltrat sakemm jiġi kważi niexef ġo garafina tal-qiegħ tond ta' 100 ml (5.1) fuq l-evaporatur ċirkolari (5.7). Dewweb ir-residwu f'20 ml ta' kloroform (4.3) u mmarka 10 u 30 µl tas-soluzzjoni miksuba fuq pjanċa tas-saff baxx tal-ġelatina tas-silika (4.23) skond il-metodu deskritt f'6.1.1.1 'il quddiem.

6.1.2.2. Applika 10 u 30 µl tas-soluzzjoni standard (4.15.2) fuq il-pjanċa u kompli kif deskritt f'6.1.1.2 sa 6.1.1.4.

6.2. ***Determinazzjoni***

6.2.1. *Kampjuni likwidi*

6.2.1.1. Kejjel 5 g tal-kampjun ġo garafina tal-qiegħ tond ta' 100 ml. Żid 1 ml tas-soluzzjoni ta' l-aċidu sulfuriku (4.8) u evapora t-taħlita sakemm tkun kważi niexfa taħt pressjoni mnaqqsa ta' 50 °C.

6.2.1.2. Dewweb dan ir-residwu f'20 ml ta' ilma sħun. Itrasferixxi ġo garafina normali ta' 100 ml. Laħlaħ tliet darbiet b'20 ml ta' l-ilma. Żid sa 100 ml bl-ilma u ħawwad.

6.2.1.3. Poġġi bl-użu ta' pipetta 5 ml ta' din is-soluzzjoni ġo lembut tas-separazzjoni ta' 50 ml (5.5). Żid 10 ml tas-soluzzjoni ta' *Fehling* (4.16). Oħroġ il-kumpless tar-ram tal-*quinolin*-8-ol (*oxine copper* (ISO)) miksub bi tliet darbiet 8 ml ta' kloroform (4.3).

6.2.1.4. Iffiltra u iġbor is-saffi ta' kloroform ġo garafina normali ta' 25 ml (5.2). Żid sal-marka bil-kloroform (4.3) u ħawwad. Kejjel id-densità ottika tas-soluzzjoni safra kontra l-kloroform f'410 nm.

6.2.2. *Kampjuni jew kremi solidi*

6.2.2.1. Kejjel 0,500 g tal-kampjun ġo garafina tal-qiegħ tond ta' 100 ml (4.1). Żid 30 ml ta' benżin (4.2) u 20 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.7). Għalli l-kontenut ta' ġol-garafina taħt rifluss, u ħawwad, għal tletin minuta.

6.2.2.2. Itrasferixxi l-kontenut tal-garafina ġo lembut tas-separazzjoni ta' 100 ml (5.5). Laħlaħ b'5 ml ta' 1 N HCl (4.7). Itrasferixxi l-faži akweja ġo garafina tal-qiegħ tond (5.1) u aħsel il-faži tal-benżin f'5 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.7).

6.2.2.3. Fil-każ ta' emulsjonijiet li jimpedixxu aktar trattament, ħawwad 0,500 g tal-kampjun ma' 2g ta' *Celite* 545 (4.14) biex tifforma trab mexxej. Itrasferixxi t-taħlita f'porzjonijiet żgħar ġol-kolonna tal-kromatografija tal-ħġieġ (5.12).

Wara kull żieda, ross 'l isfel l-ippakkjar tal-kolonna. Malli t-taħlita kollha tkun ġiet trasferita fil-kolonna, aħsel bl-aċidu idrokloriku (4.13) b'tali mod li 10 ml ta' *eluate* jinkisbu f'approssimament 10 minuti (jekk ikun hemm bżonn, din l-elużjoni tista' ssir taħt pressjoni ħafifa tan-nitroġenu). Matul l-elużjoni wieħed irid jassigura li fuq l-ippakkjar tal-kolonna dejjem ikun hemm ftit aċidu idrokloriku. L-ewwel 10 ml ta' *eluate* jiġu ttrattati kif deskritt f'6.2.2.4.

6.2.2.4. Evapora l-fażijiet miġbura akweji (6.2.2.2) jew l-*eluate* (6.2.2.3) sakemm ikunu kważi nixfin fl-evaporatur ċirkulari taħt pressjoni mnaqqsa.

6.2.2.5. Dewweb ir-residwu f'6 ml tas-soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju (4.9). Żid 20 ml tas-soluzzjoni ta' *Fehling* (4.16) u ttrasferixxi l-kontenut tal-garafina ġo lembut tas-separazzjoni ta' 50 ml (5.5). Laħlaħ il-garafina bi 8 ml ta' kloroform (4.3). Ħawwad u ffiltra l-faži tal-kloroform ġo garafina normali ta' 50 ml (5.2).

6.2.2.6. Irrepeti l-estrazzjoni tliet darbiet bi 8 ml ta' kloroform (4.3). Iffiltra l-fażijiet tal-kloroform u iġbor ġol-garafina ta' 50 ml. Żid sal-marka bil-kloroform (4.3) u ħawwad. Kejjel id-densità ottika tas-soluzzjoni safra kontra l-kloroform (4.3) f'410 nm.

7. KURVA NORMALI

Ġo erba' garafini tal-qiegħ tond ta' 100 ml (5.1), fejn kull wieħed ikun fih 3 ml ta' etanol 30 % akweju (4.20), itfa' bl-użu ta' pipetta porzjonijiet ta' 5, 10, 15 u 20 ml tas-soluzzjoni standard (4.15.1) li tikkorrispondi ma' 5, 10, 15 u 20 mg ta' *quinolin*-8-ol. Ipproċedi kif deskritt f'6.2.1.

8. KALKOLAZZJONI

8.1. ***Kampjuni likwidi***

$$\text{Kontenut ta' } \textit{quinolin}\text{-8-ol (f\% m/m)} = \frac{a}{m} \times 100$$

meta:

a = milligrammi ta' *quinolin*-8-ol fuq kurva standard (7),

m = il-massa (f'milligrammi) tal-porzjon tal-verifika (6.2.1.1).

8.2. ***Kampjuni jew kremi solidi***

$$\text{Kontenut ta' } \textit{quinolin}\text{-8-ol (f'\% m/m)} = \frac{2\ a}{m} \times 100$$

meta:

a = milligrammi ta' *quinolin*-8-ol fuq kurva standard (7),

m = il-massa (f'milligrammi) tal-porzjon tal-verifika (6.2.2.1).

9. IR-RATA TA' REPETIZZJONI [1]

Għall-kontenut ta' *quinolin*-8-ol ta' madwar 0,3 % id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi il-valur assolut ta' 0,02 %.

DETERMINAZZJONI TA' L-AMMONJA

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddeskrivi d-determinazzjoni ta' l-ammonja libera fi prodotti kosmetiċi.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' l-ammonja tal-kampjun iddeterminat skond dan il-metodu huwa espress f'perċentagg bil-massa ta' l-ammonja.

3. PRINĊIPJU

Is-soluzzjoni ta' klorur tal-barju hija miżjuda ma' proporzjon tal-verifika ta' prodott kosmetiku ġo medja ta' metanol akweju. Kull materja solida li tista' tifforma hija ffiltrata jew mifruda b'azzjoni ċentrifuga. Din il-proċedura tevita t-telf ta' l-ammonja, matul id-distillazzjoni bil-fwar, minn ċerti mluħa ta' l-ammonju bħal ma huma l-karbonat u *hydrogencarbonate* u dawk ta' l-aċidi grassi, bl-eċċezzjoni ta' l-aċetat ta' l-ammonju.

L-ammonja hija ddistillata bil-fwar mill-filtrat jew is-sustanza li tgħum fil-wiċċ u ddeterminata bil-potenzjometrika jew b'titrazzjoni oħra.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. Metanol.

4.2. Diħidrat tal-klorur tal-barju, soluzzjoni ta' 25 % (m/v).

4.3. Aċidu ortoboriku, soluzzjoni ta' 4 % m/v.

4.4. Aċidu sulfuriku, soluzzjoni standard 0,25 M.

4.5. Likwidu kontra r-ragħwa.

4.6. Idrossidu tas-sodju, soluzzjoni standard 0,5 M.

4.7. Indikatur, jekk meħtieġ: ħallat 5 ml ta' soluzzjoni ħamra tal-*methyl* 0,1 % (m/v) fl-etanol ma' 2 ml ta' soluzzjoni kaħlanija tal-*methylene* 0,1 % (m/v) fl-ilma.

[1] Norm ISO 5725.

5. APPARAT

5.1. L-apparat normali ta' laboratorju.

5.2. Magna ċentifuga bi fliexken ta' 100 ml bit-tapp.

5.3. Apparat tad-distillazzjoni bil-fwar.

5.4. Potenzjometru.

5.5. Elettrodu indikatur tal-ħġieġ u elettrodu ta' referenza tad-*dimercury dichloride* (*calomel*).

6. PROĊEDURA

6.1. Kejjel ġo garafina normali ta' 100 ml, massa (m) tal-kampjun li tikkorrispondi ma' 150 mg massimu ta' ammonja.

6.2. Żid 10 ml ta' l-ilma, 10 ml ta' metanol (4.1) u 10 ml tas-soluzzjoni ta' klorur tal-barju (4.2). Żid sa 1000 ml bil-metanol (4.1).

6.3. Ħawwad u ħalli joqgħod matul il-lejl fil-friġġ (5 °C).

6.4. Imbagħad iffiltra, jew iċċentrifuga s-soluzzjoni li tkun għadha kiesħa, f'tubi magħluqa għal 10 minuti, sabiex tikseb filtrat ċar jew saff ta' sustanza li tgħum fil-wiċċ.

6.5. Bl-użu ta' pipetta itfa' 40 ml ta' din is-soluzzjoni ċara fl-apparat tad-distillazzjoni bil-fwar (5.3), segwit b'0,5 ml ta' likwidu kontra r-ragħwa (4.5), fejn xieraq.

6.6. Iddistilla u iġbor 200 ml tad-distillat ġo garafina ta' 250 ml li jkun fiha 10 ml ta' l-aċidu sulfuriku standard (4.4) u 0,1 ml ta' l-indikatur (4.7).

6.7. Iddoża lura l-eċċess ta' l-aċidu b'soluzzjoni ta' l-idrossidu tas-sodju standard (4.6).

6.8. *NB:* Għad-determinazzjoni potenzjometrika, iġbor 200 ml tad-distillat ġo garafina ta' 250 ml li jkun fiha 25 ml tas-soluzzjoni ta' l-aċidu ortoboriku (4.3) u ddoża bl-aċidu sulfuriku standard (4.4), billi tirrekordja l-kurva tan-newtralizzazzjoni.

7. KALKOLAZZJONI

7.1. ***Il-kalkolu fil-każ ta' titrazzjoni lura***

Ħalli:

V_1 = il-volum (f'millilitri) tas-soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju użat (4.6),

M_1 = il-molarità attwali tiegħu (4.6),

M_2 = il-fattur tal-molarità attwali tas-soluzzjoni ta' l-aċidu sulfuriku (4.4),

m = il-massa (f'milligrammi) tal-porzjon tal-verifika (6.1) meħud,

imbagħad:

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

7.2. ***Il-kalkolu fil-każ ta' titrazzjoni potenzjometrika diretta***

Ħalli:

V_2 = il-volum (f'millilitri) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu sulfuriku (4,4) użat,

M_2 = il-molarità attwali tiegħu (4.4),

m = il-massa (f'milligrammi) tal-porzjon tal-verifika (6.1) meħud,

imbagħad:

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

8. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għall-kontenut ta' l-ammonja ta' madwar 6 % id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,6 %.

IDENTIFIKAZZJONI U DETERMINAZZJONI TAN-*NITROMETHANE*

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu hu adattat għall-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' *nitromethane* sa madwar 0,3 % fi prodotti kosmetiċi ppakjati f'dispensaturi ta' l-*aerosol*.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' *nitromethane* tal-kampjun iddeterminat skond dan il-metodu huwa espress f'perċentagg bil-massa tan-*nitromethane*, fil-kontenut totali tad-dispensatur ta' l-*aerosol*.

3. PRINĊIPJU

In-*nitromethane* hu identifikat b'reazzjoni tal-kulur. In-*nitromethane* hu ddeterminat bil-kromatografija tal-gass wara ż-żieda ta' standard intern.

4. IDENTIFIKAZZJONI

4.1. ***Reaġenti***

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1.1. Idrossidu tas-sodju, soluzzjoni 0,5 M.

4.1.2. *Reaġent ta' Folin*:

Dewweb 0,1 tas-sodju 3,4-*dihydro*-3,4-*dioxonaphthalene*-1-*sulphonate*, fl-ilma u ħawwad sa 100 ml.

4.2. ***Proċedura***

Ma' 1 ml tal-kampjun żid 10 ml ta' 4.1.1 u 1 ml ta' 4.1.2. Kolorazzjoni vjola tindika l-preżenza tan-*nitromethane*.

5. DETERMINAZZJONI

5.1. ***Reaġenti***

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' purità analitika.

([1]) Norm ISO 5725.

5.1.1. Kloroform (standard intern 1).

5.1.2. 2,4-*dimethylheptane* (standard intern 2).

5.1.3. Etanol, 95 %.

5.1.4. *Nitromethane*.

5.1.5. *Soluzzjoni ta' referenza tal-kloroform*

Ġo garafina volumetrika *tared* ta' 25 ml, introduċi madwar 650 ml ta' kloroform (5.1.1). Bi preċiżjoni erġa' kejjel il-garafina u l-kontenuti. Żid sa 25 ml b' 95 % etanol (5.1.3). Iżen u kkalkula l-perċentagg bil-massa ta' kloroform f'din is-soluzzjoni.

5.1.6. *Soluzzjoni ta' referenza ta' 2,4-dimethylheptane*

Żid bl-istess mod bħal fis-soluzzjoni ta' referenza tal-kloroform imma iżen 270 mg ta' 2,4-*dimethylheptane* (5.1.2) ġo garafina volumetrika ta' 25 ml.

5.2. ***Apparat***

5.2.1. Kromatografu tal-gass bi strument li jsib tal-jonizzazzjoni tal-fjamma.

5.2.2. Apparat biex jittieħdu kampjuni ta' l-*aerosols* (flixkun tat-trasferiment, konnetturi tal-mikrosiringa, eċċ.) kif deskritt fil-Kapitlu II ta' l-Anness tad-Direttiva tal-Kummissjoni 80/1335/KEE tat-22 ta' Diċembru 1980 ([1]).

5.2.3. L-apparat normali ta' laboratorju.

5.3. ***Proċedura***

5.3.1. *Preparazzjoni tal-kampjun*

Ġo garafina *tared* tat-trasferiment ta' 100 ml, imnaddafa jew imbattla skond il-proċedura deskritta fi 5.4 tal-Kapitlu II tad-Direttiva msemmija hawn fuq, introduċi madwar 5 ml ta' waħda mis-soluzzjonijiet interni standard (5.1.5 jew 5.1.6). Uża siringa tal-ħġieġ ta' 10 jew 20 ml, mingħajr labra, adattata għall-biċċa tat-trasferiment skond it-teknika deskritta fil-paragrafu 5 tal-Kapitlu II tad-Direttiva tal-Kummissjoni msemmija hawn fuq. Erga' iżen biex tiddetermina l-kwantità introdotta. Bl-istess teknika, ittrasferixxi ġo din il-garafina madwar 50 g tal-kontenut tal-kampjun tad-dispensatur ta' l-*aerosol*. Erga' iżen għal darb'oħra biex tiddetermina l-kwantità tal-kampjun trasferit. Ħawwad sew.

Injetta madwar 10 µl billi tuża l-mikrosiringa speċifikata (5.2.2). Agħmel ħames injezzjonijiet.

5.3.2. *Preparazzjoni ta' l-istandard*

Ġo garafina volumetriku ta' 50 ml, iżen b'eżatezza madwar 500 mg ta' *nitromethane* (5.1.4) u jew 500 mg ta' kloroform (5.1.1) jew 210 mg ta' 2,4-*dimethylheptane* (5.1.2). Żid sal-volum b'95 % etanol (5.1.3). Ħawwad sew. Poġġi 5 ml ta' din is-soluzzjoni ġo garafina volumetrika ta' 20 ml. Żid sal-volum b'95 % etanol (5.1.3).

Injetta madwar 10 µl billi tuża l-mikrosiringa speċifikata (5.2.2). Agħmel ħames injezzjonijiet.

5.3.3. *Kondizzjonijiet tal-kromatografija tal-gass*

5.3.3.1. Kolonna

Din qiegħda f'żewġ partijiet, l-ewwel waħda, fiha bħala ppakkjar *didecyl phthalate* fuq Gas Chrom Q, it-tieni bħala ppakkjar jkollha Ucon 50 HB 280X fuq Gas Chrom Q. Il-kolonna kkombinata ppreparata minn qabel għandha tipproduċi reżoluzzjoni "R" egwali għal, jew aħjar minn 1,5, meta:

([1]) ĠU L 383, tal-31.12.1980. p. 27.

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

ħalli:

r_1 u r_2 = l-ħinijiet ta' retenzjoni (f'minuti),

W_1 u W_2 = il-wisgħat ta' l-apiċi f'nofs l-għoli (f'millimetri),

d' = il-veloċità tal-grafika (f'millimetri għal kull minuta).

Bħala eżempji, iż-żewġ partijiet li ġejjin jipproduċu s-soluzzjoni meħtieġa:

Kolonna A:

Materjal: azzar inossidabbli.
Tul: 1,5 m.
Dijametru: 3 mm.
Ippakkjar: 20 % *didecyl phthalate* fuq Gas Chrom Q (malja minn 100 sa 120).

Kolonna B:

Materjal: azzar inossidabli.
Tul: 1,5 m.
Dijametru: 3 mm.
Ippakkjar: 20 % Ucon 50 HB 280X fuq Gas Chrom Q (malja minn 100 sa 120).

5.3.3.2. Strument li jsib

Issettjar adattat tas-sensittività għall-elettrometru ta' l-istrument li jsib tal-jonizzazzjoni tal-fjamma huwa 8 × 10-10 A.

5.3.3.3. Kondizzjonijiet tat-temperatura

Dawn li ġejjin instabu adattati:

Port tal-injezzjoni: 150 °C,
Strument li jsib: 150 °C,
Kolonna: bejn 50 u 80 °C skond il-kolonni u l-apparat individwali.

5.3.3.4. Provvisti adattati ta' gass

Gass bħala portatur: nitroġenu.

Pressjoni: 2,1 bar.
Fluss: 40 ml/min.
Strument li jsir il-provvisti: kif speċifikat mill-fabbrikant ta' l-istrument.

6. KALKOLAZZJONI

6.1. ***Fattur ta' rispons għan-****nitromethane****, ikkalkulat b'referenza għall-istandard intern użat***

Jekk "n" tirrapreżenta n-*nitromethane*:

ħalli:

k_n = il-fattur ta' rispons tiegħu,

m'_n = il-massa tiegħu (fi grammi) fit-taħlita,

S'_n = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

Jekk "c" tirrapreżenta l-istandard intern, kloroform jew 2,4-*dimathylheptane*:

ħalli:

m'_c = il-massa tiegħu (fi grammi) fit-taħlita,

S'_c = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

imbagħad:

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

(k_n huwa funzjoni ta' l-apparat).

6.2. ***Il-konċentrazzjoni ta'*** *nitromethane* ***fil-kampjun***

Jekk "n" tirrapreżenta n-*nitromethane*:

ħalli:

k_n = il-fattur tar-rispons tiegħu,

S_n = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

Jekk "c" tirrapreżenta l-istandard intern, kloroform jew 2,4-*dimathylheptane*:

ħalli:

m_c = il-massa tiegħu (fi grammi) fit-taħlita,

S_c = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu,

M = il-massa (fi grammi) ta' l-*aerosol* trasferit,

allura l-% (m/m) ta' *nitromethane* fil-kampjun huwa:

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

7. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għall-kontenut ta' *nitromethane* ta' madwar 0,3 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,03 % (m/m).

L-IDENTIFIKAZZJONI U D-DETERMINAZZJONI TA' L-AĊIDU *MERCAPTOACETIC* FI PRODOTTI LI JMEWWĠU U JILLIXXAW IX-XAGĦAR U PRODOTTI LI JNEĦĦU X-XAGĦAR

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddiskrivi l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' l-aċidu *mercaptoacetic* fi prodotti li jmewwġu u jillixxaw ix-xagħar u prodotti li jneħħu x-xagħar li jista' jkun fihom aġenti ta' tnaqqis.

2. DEFINIZZJONI

Il-konenut ta' aċidu *mercaptoacetic* ta' kampjun, iddeterminat skond dan il-metodu, huwa espress f'perċentagg bil-massa ta' aċidu *mercaptoacetic*.

3. PRINĊIPJU

L-aċidu *mercaptoacetic* huwa identifikat b'verifiki partikolari u bi kromatografija ta' saff baxx u jiġi ddeterminat bil-jodometrija jew bil-kromatografija tal-gass.

4. IDENTIFIKAZZJONI

4.1. ***Identifikazzjoni b'verifiki partikolari***

4.1.1. *Reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1.1.1. Karta tad-di(aċetata) taċ-ċomb.

4.1.1.2. Soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (volum wieħed ta' l-aċidu idrokloriku kkonċentrat ma' volum wieħed ta' l-ilma).

4.1.2. *Proċedura*

4.1.2.1. L-identifikazzjoni ta' l-aċidu *mercaptoacetic* permezz ta' reazzjoni tal-kulur bid-di(aċetata) taċ-ċomb

Poġġi qatra tal-kampjun li għandu jiġi analizzat fuq il-karta tad-di(aċetata) taċ-ċomb (4.1.1.1). Jekk jidher kulur isfar intens, probabbilment, l-aċidu *mercaptoacetic* huwa preżenti.

Sensittivita: 0,5 %.

4.1.2.2. Karatterizzazzjoni tas-sulfidi inorganiċi bil-formulazzjoni ta' sulfidi idroġeni ma' l-aċidifikazzjoni

Introduċi, ġo tubu tal-verifika, ftit milligrammi tal-kampjun li għandu jiġi studjat. Żid 2 ml ta' l-ilma ddistillat u 1 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.1.1.2) L-idroġenu sulfat, li jista' jingħaraf bir-riħa tiegħu, jevolvi u fuq il-karta tad-di(aċetata) taċ-ċomb tifforma materja solida ta' sulfid taċ-ċomb sewda (4.1.1.1).

([1]) Norm ISO 5725.

Sensittivita: 50 ppm.

4.1.2.3. Karatterizzazzjoni tas-sulfiti bil-formazzjoni tad-diossidu tal-kubrit ma' l-aċidifikazzjoni

Ipproċedi kif deskritt f'4.1.2.2. Ħalli jiftaħ jagħli. Id-diossidu tal-kubrit jista' jingħaraf bir-riħa tiegħu u bil-karatteristiċi tat-tnaqqis tiegħu, per eżempju, fir-rigward tal-joni tal-permanganat.

4.2. ***Identifikazzjoni bil-kromatografija ta' saff baxx***

4.2.1. *Reaġenti*

Ir-reaġenti kollha, apparti milli fejn hu ddikjarat mod ieħor, iridu jkunu ta' purità analitika.

4.2.1.1. Aċidu *mercaptoacetic* (aċidu thioglycollic), minimu ta' 98 % ta' purità analizzata bil-jodometrija.

4.2.1.2. 2,2'-dithiodi(aċidu aċetiku) minimu ta' 99 % ta'purità analizzata bil-jodometrija.

4.2.1.3. Aċidu 2-*mercaptopropionic* (aċidu tiolaktiku) minimu ta' 95 % ta'purità analizzata bil-jodometrija.

4.2.1.4. Aċidu 3-*mercaptopropionic*, minimu ta' 98 % ta'purità analizzata bil-jodometrija.

4.2.1.5. 3-*mercaptopropane*-1,2-*diol* (1-*thioglycerol*), minimu ta' 98 % ta' purità analizzata bil-jodometrija.

4.2.1.6. Pjanċi ta' saff baxx, tal-ġel tas-silika, ippreparati lesti ta' ħxuna ta' 0,25 mm.

4.2.1.7. Pjanċi ta' saff baxx, ta' l-ossidu ta' l-aluminju, Merck F 254 E jew ekwivalenti.

4.2.1.8. Aċidu idrokloriku, konċentrat, d_4^{20} = 1,19 g/ml.

4.2.1.9. Aċetat ta' l-*ethyl*.

4.2.1.10. Kloroform.

4.2.1.11. *Diisopropyl ether*.

4.2.1.12. Tetraklorur tal-karbonju.

4.2.1.13. Aċidu aċetiku, glaċjali.

4.2.1.14. Jodur tal-potassju, soluzzjoni ta' 1 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.15. Tetraklorur tal-platinu, soluzzjoni ta' 0,1 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.16. Solventi ta' l-elużjoni

4.2.1.16.1. Aċetat ta' l-*ethyl* (4.2.1.9), kloroform (4.2.1.10), *diisopropyl ether*, (4.2.1.11), aċidu aċetiku (4.2.1.13) (20: 20: 10: 10, bil-volum).

4.2.1.16.2. Kloroform (4.2.1.10), aċidu aċetiku (4.2.1.13) (90: 20, bil-volum).

4.2.1.17. Reaġenti tas-sejba

4.2.1.17.1. Ħallat, immedjatament qabel l-użu, volumi egwali tas-soluzzjoni (4.2.1.14) u s-soluzzjoni (4.2.1.15).

4.2.1.17.2. Soluzzjoni tal-bromu 5 % (m/v): Dewweb 5 g ta' bromu f'100 ml ta' tetraklorur tal-karbonju (4.2.1.12).

4.2.1.17.3. Soluzzjoni ta' *fluorescein* 0,1 % (m/v): Dewweb 100 mg ta' *fluorescein* ġo 100 ml ta' etanol.

4.2.1.17.4. *Hexaammonium heptamolybdate*, soluzzjoni ta' 10 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.18. Soluzzjonijet ta' referenza

4.2.1.18.1. Aċidu *mercaptoacetic* (4.2.1.1), soluzzjoni ta' 0,4 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.18.2. Aċidu 2,2'-*dithiodi(acetic)* (4.2.1.2), soluzzjoni ta' 0,4 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.18.3. Aċidu 2-*mercaptopropionic* (4.2.1.3), soluzzjoni ta' 0,4 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.18.4. Aċidu 3-*mercaptopropionic* (4.2.1.4), soluzzjoni ta' 0,4 % (m/v) fl-ilma.

4.2.1.18.5. 3-*mercaptopropane*-1,2-*diol* (4.2.1.5), soluzzjoni ta' 0,4 % (m/v) fl-ilma.

4.2.2. *Apparat*

L-apparat tas-soltu għall-kromatografija ta' saff baxx.

4.2.3. *Proċedura*

4.2.3.1. Trattament tal-kampjuni

Agħmel aċiduż għal pH 1 bi ftit qtar ta' l-aċidu idrokloriku (4.2.1.8) u ffiltra kif ikun hemm bżonn.

F'ċerti każi jkun aħjar li ddewweb il-kampjun. Jekk inhu l-każ agħmlu aċiduż bl-aċidu idrokloriku qabel iddewweb.

4.2.3.2. Elużjoni

Fuq il-pjanċa poġġi 1 µl tas-soluzzjoni tal-kampjun (4.2.3.1) u litru ta' kull waħda mill-ħames soluzzjonijiet ta' referenza (4.2.1.18). Nixxef b'attenzjoni f'kurrent ġentili ta' nitroġenu u aħsel il-pjanċa bis-solventi (4.2.1.16.1 jew 4.2.1.16.2). Nixxef il-pjanċa kemm jista' jkun malajr sabiex tnaqqas l-ossidazzjoni tat-*thiols*.

4.2.3.3. Sejbien

Roxx il-pjanċa b'wieħed mit-tliet reaġenti (4.2.1.17.1, 4.2.1.17.3 jew 4.2.1.17.4). Jekk il-pjanċa jitraxxila r-reaġent (4.2.17.3), kompli ttratta bil-fwar tal-bromu (eż. ġo tank li jkun fih garafina żgħira tar-reaġent (4.2.17.2)) sakemm jidhru l-marki. Is-sejbien bit-traxxix tar-reaġent (4.2.1.17.4) ikun sodisfaċenti biss jekk il-ħin tat-tnixxif għas-saff baxx ma jeċċedix it-30 minuta.

4.2.3.4. Interpretazzjoni

Qabbel il-valuri Rf u l-kulur tas-soluzzjonijiet ta' referenza ma' dawk ta' l-istandards. Il-valuri Rf medji mogħtija hawn taħt bħala gwida bejn wieħed u ieħor għandhom biss valur komparattiv. Huma jiddependu minn:

— l-istat ta' l-attivazzjoni tas-saff baxx fil-ħin tal-kromatografija,

— it-temperatura tat-tank tal-kromatografija.

Eżempji ta' valuri Rf miskuba fuq saff tal-ġel tas-silika

	Solventi ta' l-elużjoni	
	4.2.1.16.1	4.2.1.16.2
Aċidu *mercaptoacetic*	0,25	0,80
Aċidu 2-*mercaptopropionic*	0,40	0,95
Aċidu 2,2'-*dithiodi(acetic)*	0,00	0,35
Aċidu 3-*mercaptopropionic*	0,45	0,95
3-*mercaptopropane*-1,2-*diol*	0,45	0,35

5. DETERMINAZZJONI (ara NB)

Id-determinazzjoni għandha dejjem tibda bil-proċedura jodometrika.

5.1. ***Jodometrija***

5.1.1. *Prinċipju*

Id-determinazzjoni ssir bl-ossidazzjoni tal-grupp "-SH" bil-jodju f'medja ta' l-aċidu skond l-ekwazzjoni:

$$2\ HOOC\text{-}CH_2SH + I_2 \longrightarrow (HOOC\text{-}CH_2\text{-}S)_2 + 2\ I^- + 2\ H^+$$

5.1.2. *Reaġenti*

Jodju, soluzzjoni standard 0,05 M.

NB: Id-determinazzjoni ta' l-aċidu mercaptoacetic trid issir fuq prodott mhux użat minn reċipjenti li jkunu għandhom kif infetħu sabiex wieħed jipprevjeni l-ossidazzjoni.

5.1.3. *Apparat*

It-tagħmir normali tal-laboratorju.

5.1.4. *Proċedura*

Iżen b'akkuratezza kwantità ta' bejn 0,5 u 1 g tal-kampjun ġo garafina konika bit-tapp li jkun fiha 50 ml ta' l-ilma distillat. Żid 5 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.1.1.2) (il-pH tas-soluzzjoni madwar 0) u ddoża bis-soluzzjoni tal-jodju (5.1.2) sakemm jidher kulur isfar. Uża indikatur (e.g. soluzzjoni tal-lamtu jew tat-tetraklorur tal-karbonju) jekk mixtieq.

5.1.5. *Kalkolazzjoni*

Il-kontenut ta' aċidu *mercaptoacetic* huwa kkalkulat skond il-formula:

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

fejn:

m = il-massa (fi grammi) tal-porzjon tal-verifika,

n = il-volum tas-soluzzjoni ta' jodju (5.1.2) użat.

5.1.6. *Kummenti*

Jekk ir-riżultat, ikkalkulat bħala aċidu *mercaptoacetic*, huwa 0,1 % jew aktar taħt il-konċentrazzjoni massima awtorizzata, mhemm l-ebda punt għalfejn wieħed għandu jkompli d-determinazzjonijiet. Jekk ir-riżultat huwa egwali għal jew aktar mill-konċentrazzjoni massima permissibli, u l-identifikazzjoni tkun urit il-preżenza ta' diversi aġenti tat-tnaqqis, ikun hemm bżonn li ssir determinazzjoni bil-kromatografija tal-gass.

5.2. ***Kromatografija tal-gass***

5.2.1. *Prinċipju*

L-aċidu *mercaptoacetic* hu sseparat mill-*excipient* bis-separazzjoni b'soluzzjoni tad-di(aċetata) tal-kadmju. Wara l-metilazzjoni bid-*diazomethane*, ippreparat jew *in situ* jew minn qabel, ġo soluzzjoni ta' *diethyl ether*, id-derivattiv tal-metil ta' l-aċidu *mercaptoacetic* hu mkejjel bil-kromatografija tal-gass/likwidu, fejn il-*methyl octanoate* jintuża bħala standard intern.

5.2.2. *Reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' purità analitika.

5.2.2.1. Aċidu *mercaptoacetic*, 98 %.

5.2.2.2. Aċidu idrokloriku, d_4^{20} = 1,19 g/ml.

5.2.2.3. Metanol.

5.2.2.4. Diidrat tad-di(aċetat) tal-kadmju, soluzzjoni ta' 10 % (m/v) fl-ilma.

5.2.2.5. *Methyl octanoate*, soluzzjoni ta' 2 % (m/v) fil-metanol.

5.2.2.6. Soluzzjoni *buffer* ta' aċetat (pH 5):

Triidrat ta' aċetat tas-sodju, 77 g.

Aċidu aċetiku (glaċjali), 27,5 g.

Ilma mingħajr minerali biex jagħti volum finali ta' litru.

5.2.2.7. Aċidu idrokloriku, soluzzjoni 3M fil-metanol (5.2.2.3), li tkun għada kif ġiet ippreparata.

5.2.2.8. 1-*methyl*-3-*nitro*-1-*nitrosoguanidine*.

5.2.2.9. Idrossidu tas-sodju, soluzzjoni 5 M.

5.2.2.10. Jodju, soluzzjoni standard 0,05 M.

5.2.2.11. *Diethyl ether.*

5.2.2.12. Soluzzjoni ta' *diazomethane* ippreparata minn N-*methyl*-N-*nitrosotoluen*-4-*sulfonamide* (Fieser, Reaġenti għas-Sinteżi Organika (Wiley), 1967)

Is-soluzzjoni miksuba fiha madwar 1,5 g ta' *diazomethane* f'100 ml ta' *diethyl ether*. Peress li d-*diazomethane* huwa gass tossiku li mhux stabbli, l-esperimenti kollha jridu jsiru minn taħt barnuża b'saħħitha u għandu jiġi evitat l-użu ta' apparat tal-ħġieġ matt (jeżistu kits speċajli għal dan il-għan).

5.2.3. *Apparat*

5.2.3.1. It-tagħmir normali tal-laboratorju.

5.2.3.2. Apparat għall-preparazzjoni tad-*diazomethane* għal metilazzjoni in situ (ara Fales, H.M, Jaouni, T.M. u Babashak J.F., Analyt. Chem. 1973, 45, 2302).

5.2.3.3. Apparat għall-preparazzjoni avvanzata tad-*diazomethane* (Fieser).

5.2.4. *Preparazzjoni tal-kampjun*

Iżen b'akkuratezza ġo tubu ċentrifugu ta' 50 ml, ammont biżżejjed mill-kampjun biex jagħti kwantità preżunta ta' 50 sa 70 mg ta' l-aċidu *mercaptoacetic*. Agħmel aċiduż bi ftit qtar ta' l-aċidu idrokloriku (5.2.2.2) biex tikseb pH ta' madwar 3.

Żid 5 ml ta' l-ilma mingħajr minerali u 10 ml tas-soluzzjoni *buffer* ta' l-aċetat (5.2.2.6).

Iċċekkja bil-karta tal-pH li l-valur tal-pH huwa madwar 5. Imbagħad żid 5 ml tas-soluzzjoni tad-di(aċetat) tal-kadmju (5.2.2.4).

Stenna 10 minuti u mbagħad iċċentrifuga għal ta' l-anqas 15-il minuta f'4000 g. Neħħi l-likwidu li jgħum fil-wiċċ li jista' jkun fih grass insolubbli (fil-każ ta' proddotti tal-krema). Dan il-grass jista' jkun konfuż mat-*thiols* li jingħabru ġo massa kompatta fil-qiegħ tat-tubu. Iċċekkja li ma jkun hemm l-ebda separazzjoni meta jintefa' ftit qtar tas-soluzzjoni tad-di(aċetat) tal-kadmju (5.2.2.4) mas-sustanza li tgħum fil-wiċċ.

Meta l-identifikazzjoni ta' qabel tkun uriet li mhemmx aġenti tat-tnaqqis apparti milli t-*thiols*, iċċekkja bil-jodometrija li t-*thiol* preżenti fil-likwidu li jgħum fil-wiċċ ma jeċċedix is-6 sa 8 % tal-kwantità inizzjali.

Introduċi 10 ml ta' metanol (5.2.2.3) fit-tubu ċentrifugu li jkun fih il-materja solida u ferrex b'mod delikat il-materja solida b'virga li tintuża biex tħawwad. Erġa' iċċentrifuga għal ta' l-anqas 15-il minuta f'4 000 g. Neħħi s-sustanza li tgħum fil-wiċċ u ċċekkja għan-nuqqas ta' *thiols*.

Aħsel il-materja solida għat-tieni darba bl-istess proċedura.

Billi tibqa' tuża l-istess tubu ċentrifugu, żid:

— 2 ml tas-soluzzjoni ta' *methyl octaroate* (5.2.2.5),

— 5 ml ta' l-aċidu idrokloriku fil-metanol (5.2.2.7).

Dewweb it-*thiols* kompletament (xi ftit materja insolubbli tista' tippersisti mill-*excipient*). Din hi s-soluzzjoni "S".

B'alikwot ta' din is-soluzzjoni, iċċekkja jodometrikament li l-kontenut ta' *thiols* huwa ta' l-anqas 90 % ta' dak miksub f'5.1.

5.2.5. *Metilazzjoni*

Il-metilazzjoni ssir jew bi preparazzjoni *in situ* (5.2.5.1) jew b'soluzzjoni ppreparata minn qabel ta' *diazomethane* (5.2.5.2).

5.2.5.1. Metilazzjoni *in situ*

Fl-apparat tal-metilazzjoni (5.2.3.2) li jkun fih 1 ml ta' etere (5.2.2.11) introduċi 50 µl tas-soluzzjoni "S" u immetilizza bil-metodu (5.2.3.2) b'madwar 300 mg ta' 1-*methyl*-3-*nitro*-1-*nitrosoguanidine* (5.2.2.8). Wara 15-il minuta (is-soluzzjoni ta' etere għandha tkun safra biex tindika l-eċċess ta' *diazomethane*) ittrasferixxi s-soluzzjoni kampjun ġo garafina ta' 2 ml li jkollha tapp mitbuq. Poġġi fil-friġġ għal matul il-lejl. Immetilizza żewġ kampjuni f'daqqa.

5.2.5.2. Metilazzjoni b'soluzzjoni ta' *diazomethane* ippreparata minn qabel

Introduċi, f'garafina b'tapp ta' 5 ml, 1 ml tas-soluzzjoni tad-*diazomethane* (5.2.2.12) imbagħad µl tas-soluzzjoni "S". Ħalli fil-friġġ matul il-lejl.

5.2.6. *Preparazzjoni ta' l-istandard*

Ipprepara soluzzjoni standard ta' l-aċidu *mercaptoacetic* (5.2.2.1) ta' qawwa magħrufa li jkun fiha madwar 60 mg ta' l-aċidu *mercaptoacetic* pur (5.2.2.1) f'2 ml.

Din hi s-soluzzjoni "E".

Issepara, analizza u mmetilizza kif deskritt f'5.2.4 u 5.2.5.

5.2.7. *Kondizzjonijiet tal-kromatografija tal-gass*

5.2.7.1. Kolonna

Tip: azzar inossidabbli.

Tul: 2 m.

Dijametru: 3 mm.

5.2.7.2. Ippakkjar

20 % *didecyl phthalate/chromosorb*, malja WAW 80 sa 100.

5.2.7.3. Strument ta' sejbien

Jonizzazzjoni tal-fjamma. Issettjar tas-sensittività adattat għall-elettrometru ta' l-istrument li jsib tal-jonizzazzjoni tal-fjamma huwa 8 × 10-10 A.

5.2.7.4. Provvisti tal-gass

Gass portatur: nitroġenu.

pressjoni: 2,2 bar,

fluss: 35 ml/min.

Gass awżiljarju: idroġenu.

pressjoni: 1,8 bar,

fluss: 15 ml/min.

Strument li jsib tal-provvisti: kif speċifikat mill-fabbrikant ta' l-apparat.

5.2.7.5. Kundizzjonijiet tat-temperatura

Injettur: 200 °C

Strument li jsib: 200 °C

Kolonna: 90 °C

5.2.7.6. Strument li jirrekordja l-grafika tal-veloċità

5 mm/min.

5.2.7.7. Kwantità njettata

3 µl. Agħmel ħames injezzjonijiet.

5.2.7.8. Il-kondizzjonijiet tal-kromatografija huma mogħtija bħala gwida. Huma jippermettu li tinkiseb reżoluzzjoni, "R", egwali jew aħjar minn 1,5, fejn:

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

ħalli:

r_1 u r_2 = l-ħinijiet tar-ritenzjoni (f'minuti),

W_1 u W_2 = il-wisgħat apiċi f'nofs l-għoli (f'millimetri),

d' = il-veloċità fil-grafika (f'millimetri għal kull minuta).

Hu rrakkomandat li l-kromatografija tintemm billi t-temperatura tiġi rregolata minn 90 sa 150 °C b'rata ta' 10 °C kull minuta sabiex jiġu eliminati s-sustanzi li jistgħu jinterferixxu mal-qisien sussegwenti.

5.2.8. *Kalkoli*

5.2.8.1. Ko-effiċjent ta' proporzjonalità għall-aċidu *mercaptoacetic*

Dan hu kkalkulat fir-rigward tal-*methyl octanoate* fuq il-bażi ta' taħlita standard.

Jekk "t" tirrapreżenta l-aċidu *mercaptoacetic*:

ħalli:

k_t = il-fattur ta' rispons tiegħu,

m'_t = il-massa tiegħu (f'milligrammi) fit-taħlita,

S'_t = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

Jekk "c" tirrapreżenta l-*methyl octanoate*:

ħalli:

m'_c = il-massa tiegħu (f'milligrammi) fit-taħlita,

S'_c = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

imbagħad:

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

Dan il-ko-effiċjent ivarja skond l-apparat użat.

5.2.8.2. Il-konċentrazzjoni ta' l-aċidu *mercaptoacetic* preżenti fil-kampjun

Jekk "t" tirrapreżenta l-aċidu *mercaptoacetic*:

ħalli:

k_t = il-fattur tar-rispons tiegħu,

S_t = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

Jekk "c" tirrapreżenta l-*methyl octanoate*:

ħalli:

m_c = il-massa tiegħu (f'milligrammi) fit-taħlita,

S_c = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

M = il-massa (f'milligrammi) tal-porzjon inizzjali tal-verifika,

allura l-% (m/m) ta' aċidu *mercaptoacetic* fil-kampjun huwa:

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

6. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għall-kontenut ta' l-aċidu *mercaptoacetic* ta' madwar 8 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,8 % (m/m).

IDENTIFIKAZZJONI U DETERMINAZZJONI TAL-*HEXACHLOROPHENE*

A. IDENTIFIKAZZJONI

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu hu adattat għall-prodotti kosmetiċi kollha.

2. PRINĊIPJU

Il-*hexachlorophene* fil-kampjun hu estratt bl-aċetat ta' l-*ethyl* u identifikat bil-kromatografija ta' saff baxx.

3. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

3.1. Aċidu sulfuriku, soluzzjoni 4 M.

3.2. *Celite* AW.

3.3. Aċetat ta' l-*ethyl*.

([1]) Norm ISO 5725.

3.4. Solvent ta' elużjoni: Benżin li fih 1 % (v/v) ta' l-aċidu aċetiku glaċjali.

3.5. Aġent ta' viżwalizzazzjoni I:

Soluzzjoni ta' *Rhodamine* B: dewweb 100 mg ta' *Rhodamine* B ġo taħlita ta' 150 ml ta' etere *diethyl*, 70 ml ta' etanol assolut u 16 ml ta' l-ilma.

3.6. Aġent ta' viżwalizzazzjoni II:

Soluzzjoni ta' 2,6-*dibromo*-4-(*chloroimino*)*cyclohexa*-2,5-*dienone*: dewweb 400 mg ta' 2,6(*dibromo*-4-(*chloroimino*)*cyclohexa*-2,5-*dienone* ġo 100 ml ta' metanol (ippreparat frisk ta' kuljum).

Soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju: dewweb 10 g ta' karbonat tas-sodju ġo 100 ml ta' l-ilma mingħajr minerali.

3.7. Soluzzjoni ta' referenza:

Hexachlorophene, soluzzjoni ta' 0,05 % (m/v) ġo l-aċetat ta' l-*ethyl*.

4. APPARAT

4.1. Pjanċi tal-TLC tal-ġel Kiesel, 200 × 200 mm (jew ekwivalenti).

4.2. It-tagħmir normali tal-TLC.

4.3. Banju termostatiku f'temperatura ta' 26 °C biex iżomm it-tank tal-kromatografija.

5. PREPARAZZJONI TAL-KAMPJUN TAL-VERIFIKA

5.1. Ħawwad sew 1g ta' kampjun omoġenizzat b'1 g ta' *Celite* AW (3.2) u 1 ml ta' l-aċidu sulfuriku (3.1).

5.2. Nixxef f'100 °C għal sagħtejn.

5.3. Kessaħ u farrak għal trab fin ir-residwu mnixxef.

5.4. Oħroġ estratt darbtejn kull darba b'10 ml ta' l-aċetat ta' l-*ethyl* (3.3), iċċentrifuga wara kull estrazzjoni u kkombina s-saffi ta' l-aċetat ta' l-*ethyl*.

5.5. Evapora f'60 °C.

5.6. Dewweb ir-residwu f' 2 ml ta' aċetat ta' l-*ethyl* (3.3).

6. PROĊEDURA

6.1. Poġġi 2 µl tas-soluzzjoni tal-kampjun tal-verifika (5.6) u 2µl tas-soluzzjoni ta' referenza (3.7) fuq pjanċa tal-TLC (4.1).

6.2. Xarrab it-tank (4.3) bis-solvent ta' l-elużjoni (3.4).

6.3. Poġġi l-pjanċa tal-TLC fit-tank u aħsel sa 150 mm.

6.4. Neħħi l-pjanċa tal-TLC u nixxef f'forn ivventilat f'temperatura ta' madwar 105 °C.

6.5. ***Viżwalizzazzjoni***

Marki tal-*hexachlorophene* għandhom jidhru kif indikat taħt 6.5.1 jew 6.5.2.

6.5.1 Roxx l-aġent ta' viżwalizzazzjoni I (3.5) b'mod uniformi fuq il-pjanċa. Wara 30 minuta eżamina l-pjanċa taħt dawl UV f' 254 nm.

6.5.2. Roxx is-soluzzjoni ta' 2,6-*dibromo*-4-(*chloroimino*)*cyclohexa*-2,5-*dienone* ta' l-aġent ta' viżwalizzazzjoni II (3.6) b'mod uniformi fuq il-pjanċa. Sussegwentement, roxx il-pjanċa bis-soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju (3.6). Eżamina l-pjanċa fid-dawl tal-jum wara 10 minuti ta' tnixxif fit-temperatura tal-kamra.

7. INTERPRETAZZJONI

7.1. Aġent ta' viżwalizzazzjoni I (3.5):

Il-*hexachlorophene* jidher bħala marka fl-ikħal fuq sfond fluworexxenti oranġjo fl-isfar u għandu Rf ta' bejn wieħed u ieħor 0,5.

7.2. Aġent ta' viżwalizzazzjoni II (3.6):

Il-*hexachlorophene* jidher bħala marka kaħlanija mil-lewn is-sema li jagħti fit-turkina fuq sfond abjad u għandu Rf ta' bejn wieħed u ieħor 0,5.

B. DETERMINAZZJONI

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu japplika għall-prodotti kosmetiċi kollha

2. DEFINIZZJONI

Il-konenut ta' *hexachlorophene* ta' kampjun, iddeterminat skond dan il-metodu, huwa espress f'perċentagg bil-massa ta' *hexachlorophene*.

3. PRINĊIPJU

Il-*hexachlorophene* huwa ddeterminat, wara l-konversjoni fid-derivattiv tal-*methyl*, bil-kromatografija tal-gass b'*electron capture detector*.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. Aċetat ta' l-*ethyl*.

4.2. N-*methyl*-N-*nitroso*-p-*toluenesulphonamide* (*diazald*).

4.3. *Diethyl ether*.

4.4. Metanol.

4.5. 2-(2-*ethoxyethoxy*)*ethanol* (*carbitol*).

4.6. Aċidu formiku

4.7. Idrossidu tal-potassju, soluzzjoni akweja 50 % (m/m) (ippreparata friska ta' kuljum).

4.8. *Hexane* għall-ispettroskopija.

4.9. *Bromochlorophene* (standard Nru. 1).

4.10. 4,4',6,6'-*tetrachloro*-2,2'-*thiodiphenol* (standard Nru 2).

4.11. 2,4,4'-*trichloro*-2-*hydroxy-diphenyl ether* (standard Nru 3).

4.12. Aċetun.

4.13. Aċidu sulfuriku 4 M.

4.14. *Celite* AW.

4.15. Aċidu formiku/aċetat ta' l-*ethyl*, soluzzjoni ta' 10 % (v/v).

4.16. *Hexachlorophene*.

5. APPARAT

5.1. Oġġetti normali tal-ħġieġ tal-laboratorju.

5.2. Mini-apparat għall-preparazzjoni tad-*diazomethane* (Analyt. Chem., 1973, 45, 2302-2).

5.3. Kromatografu tal-gass mgħammar b'63 Ni source *electron capture detector*.

6. PROĊEDURA

6.1. ***Preparazzjoni tas-soluzzjoni standard***

L-istandard huwa magħżul biex ma jinterferixxix ma' xi sustanza li jkun hemm fl-excipeint tal-prodott li jkun qiegħed jiġi analizzat. Normalment l-istandard Nru 1 huwa l-aktar wieħed adattat (4.9).

6.1.1. Bi preċiżjoni iżen madwar 50 mg ta' l-istandard Nru 1, 2 jew 3 (4.9, 4.10 jew 4.11) u 50 g ta' *hexachlorophene* (4.16) ġo garafina volumetrika ta' 100 ml. Żid sal-volum bl-aċetat ta' l-*ethyl* (4.1) (soluzzjoni A). Dewweb 10 ml tas-soluzzjoni A ma' 100 ml ta' l-aċetat ta' l-*ethyl* (4.1) (soluzzjoni B).

6.1.2. Bi preċiżjoni iżen madwar 50 mg ta' l-istandard Nru 1, 2 jew 3 (4.9, 4.10 jew 4.11) ġo garafina volumetrika ta' 100 ml. Żid sal-volum bl-aċetat ta' l-*ethyl* (4.1) (soluzzjoni Ċ).

6.2. ***Preparazzjoni tal-kampjun*** [1]

Bi preċiżjoni iżen 1 g tal-kampjun omoġenizzat u ħawwad sewwa ma' 1 ml ta' l-aċidu sulfuriku (4.13), 15 ml ta' l-aċetun (4.12) u 8 g ta' *Celite* AW (4.14). Nixxef bl-arja t-taħlita għal 30 minuta fuq banju tal-fwar, imbagħad nixxef għal siegħa u nofs ġo forn li jkollu ventilazzjoni. Kessaħ, farrak ir-residwu għal trab fin u ttrasferixxi ġo kolonna tal-ħġieġ. Aħsel bl-aċetat ta' l-*ethyl* (4.1) u igbor 100 ml. Żid 2 ml tas-soluzzjoni standard interna (soluzzjoni Ċ) (6.1.2).

[1] Minħabba d-diversità kbira tat-tipi ta' prodotti fejn jista' jkun hemm il-*hexachlorophene*, huwa importanti li l-ewwel jiġi ċċekkjat l-irkupru tal-*hexachlorophene* mill-kampjun b'din il-proċedura qabel jiġu rrikurdjati r-riżultati. Jekk l-irkupri huma baxxi, jistgħu jiġu introdotti modifikazzjonijiet, bhal bidla tas-solvent (benżin minfolk *ethylacetate*) eċċ. fuq il-qbil tal-partijiet ikkonċernati.

6.3. ***Metilazzjoni tal-kampjun***

Kessaħ ir-reaġenti u l-apparat kollu għal bejn 0 u 4 °C għal sagħtejn. Fil-kompartiment estern ta' l-apparat tad-*diazomethane*, poġġi 1,2 ml tas-soluzzjoni miksuba minn 6.2 u 0,1 ml ta' metanol (4.4). Poġġi madwar 200 g ta' *diazald* (4.2) fid-depożitu ċentrali, żid 1 ml ta' *cartibol* (4.5) u 1 ml ta' *diethyl ether* (4.3) u dewweb. Arma l-apparat, għaddas nofsu ġo banju f'0 °C u introduċi b'siringa madwar 1 ml tas-soluzzjoni mkessħa ta' l-idrossidu tal-potassju (4.7) fid-depożitu ċentrali. Assigura li l-kulur isfar iffurmat mill-formazzjoni ta' *diazomethane* jippersisti. Jekk il-kulur isfar ma jżommx, irrepeti l-metilazzjoni b'200 mg oħra ta' *diazald* (4.2) ([1]).

Wara 15-il minuta, l-apparat jitneħħa minn ġol-banju u jitħalla magħluq fit-temperatura ambjentali għal 12-il siegħa. Iftaħ l-apparat, agħmel reazzjoni ta' l-eċċess tad-*diazomethane* billi żżid ftit qtar ta' soluzzjoni ta' 10 % (v/v) ta' l-aċidu formiku fl-aċetat ta' l-*ethyl* (4.15) u ttrasferixxi s-soluzzjoni organika ġo garafina volumetrika ta' 25 ml. Żid sal-volum bil-*hexane* (4.8).

Injetta 1,5 µl ta' din is-soluzzjoni ġol-kromatografu.

6.4. ***Metilazzjoni ta' l-istandard***

Kessaħ ir-reaġenti u l-apparat kollu għal bejn 0 u 4 °C għal sagħtejn. Ġol-kompartiment estern ta' l-apparat tad-*diazomethane* introduċi:

0,2 ml tas-soluzzjoni B (6.1.1),
1 ml ta' l-aċetat ta' l-*ethyl* (4.1),
0,1 ml ta' metanol (4.4).

Kompli l-metilazzjoni kif deskritt f'6.3. Injetta 1,5 µl tas-soluzzjoni li tirriżulta ġol-kromatografu.

7. KROMATOGRAFIJA TAL-GASS

Il-kolonna trid tipproduċi reżoluzzjoni, "R", egwali jew aħjar minn 1,5,meta:

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

ħalli:

r_1 u r_2 = l-ħinijiet ta' ritenzjoni (f'minuti),

W_1 u W_2 = il-wisgħat apiċi f'nofs l-għoli (f'millimetri),

d' = il-veloċità tal-grafika (f'millimetri għal kull minuta).

Il-kondizzjonijiet tal-kromatografijai tal-gass li ġejjin instabu adattati:

Kolonna: azzar inossidabbli.

Tul: 1,7 m.

Dijametru: 3 mm.

Sostenn:
chromosorb: WAW
analiżi tal-passatur: malja minn 80 sa 100.

Fażi stazzjonarja: 10 % OV 17.

Temperaturi:
kolonna: 280 °C,
injettur: 280 °C,
strument li jsib: 280 °C.

Poratur tal-gass: nitroġenu li jkeċċi l-ossiġenu.

Pressjoni: 2,3 bar.

Fluss: 30 ml/min.

([1]) Il-persistenza ta' din il-kolorazzjoni safra tindika eċċess ta' *diazomethane* li hu bżonnjuż biex jassigura metilazzjoni kompluta tal-kampjun.

8. KALKOLAZZJONI

8.1. ***Ko-effiċjent tal-proporzjonalità tal-****hexachlorophene*

Dan hu kkalkulat fir-rigward ta' l-istandard magħżul f'relazzjoni mat-taħlita standard.

Ħalli:

h = il-*hexachlorophene*,

k_h = il-ko-effiċjent tal-proporzjonalità tiegħu,

m'_h = il-massa tiegħu (fi grammi) fit-taħlita,

A'_h = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu,

s = l-istandard magħżul,

m'_s = il-massa tiegħu (fi grammi) fit-taħlita,

A'_s = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu,

imbagħad:

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

8.2. ***L-ammont ta'*** *hexachlorophene* ***fil-kampjun***

Ħalli:

h = il-*hexachlorophene*,

k_h = il-ko-effiċjent tal-proporzjonalita tiegħu,

A_h = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu,

s = l-istandard magħżul,

m_s = il-massa tiegħu (fi grammi) fit-taħlita,

A_s = iż-żona ta' l-apiċi tiegħu.

M = il-massa (fi grammi) tal-kampjun meħud,

allura l-% (m/m) ta' *hexachlorophene* fil-kampjun huwa:

$$\frac{m_s \times k_h \times A_h \text{ X } 100}{M \times A_s}$$

9. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għal kontenut ta' *hexachlorophene* ta' madwar 0,1 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,005 % (m/m).

DETERMINAZZJONI KWANTITATTIVA TAS-SODJU *TOSYLCHLORAMIDE* **(INN) (***CHLORAMINE-T***)**

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu huwa rrelatat mad-determinazzjoni kwantitattiva bil-kromatografija ta' saffa baxx tas-sodju *tosylchloramide* (*chloramine-T*) fi prodotti kosmetiċi.

([1]) Norm ISO 5725.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' *chloramine-T* fil-kampjun kif determinat skond dan il-metodu huwa espress bħala perċentagg bil-massa (m/m).

3. PRINĊIPJU

Il-*chloramine-T* huwa kompletament idrolizzat għal 4-*toluenesulphonamide* bit-togħlija bl-aċidu idrokloriku.

L-ammont ta' 4-*toluenesulphonamide* iffurmat hu ddeterminat foto-densitometrikament bil-kromatografija ta' saff baxx.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. Sodju *tosylchloramide* (*chloramine-T*).

4.2. Soluzzjoni standard ta' 4-*toluenesulphonamide*: 50 mg ta' 4-*toluenesulphonamide* f'100 ml ta' etanol (4.5).

4.3. Aċidu idrokloriku, 37 % (m/m), d_4^{20} = 1,18 g/ml.

4.4. *Diethyl ether.*

4.5. Etanol 96 % (v/v).

4.6. ***Solvent ta' l-iżvilupp***

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

4.6.2. Kloroform/aċetun (6: 4; v/v).

4.7. Pjanċi tal-kromatografija tas-saff baxx ippreparati lesti, tal-ġel tas-silika 60, mingħajr indikatur fluworexxenti.

4.8. Permanganat tal-potassju.

4.9. Aċidu idrokloriku, 15 % (m/m).

4.10 Reaġent sprej: 2-*toluidine*, 1 % (m/v) soluzzjoni fl-etanol (4.5).

5. APPARAT

5.1. L-apparat normali tal-laboratorju.

5.2. It-tagħmir normali tal-kromatografija tas-saff baxx.

5.3. Fotodensitometru.

6. PROĊEDURA

6.1. ***Idrolisi***

Iżen b'akkuratezza ġo garafina ta' qiegħ tond ta' 50 ml approssimament 1 g tal-kampjun (m). Żid 5 ml ilma u 5 ml aċidu idrokloriku (4.3) u għalli għal siegħa, bl-użu tal-kondensatur ta' rifluss. Ittrasferixxi, immedjatament is-suspensjoni taħraq bl-ilma ġo garafina gradwata ta' 50 ml. Ħalli jiksaħ u żid sal-marka bl-ilma. Iċċentrifuga ta' l-anqas 3 000 rpm (dkm) għal ħames minuti u għaddi l-likwidu li jgħum fil-wiċċ minn ġo filtru.

6.2. ***Estrazzjoni***

6.2.1. Ħu 30 ml tal-filtrat u agħmel estrazzjoni tliet darbiet b'15 ml ta' *diethyl ether* (4.4). Jekk ikun hemm bżonn nixxef il-fażijiet etereali u iġborhom ġo garafina gradwata ta' 50 ml. Żid bid-*diethyl ether* (4.4).

6.2.2. Ħu 25ml ta' l-estratt etereali mnixxef u evapora sakemm jinxef fil-fwar tan-nitroġenu. Erġa' dewweb ir-residwu f' 1 ml ta' etanol (4.5).

6.3. ***Kromatografija ta' saff baxx***

6.3.1. Qiegħed 20 µl tar-residwu etanoliku (6.2) fuq il-pjanċa tal-kromatografija ta' saff baxx (4.7).

Fl-istess ħin u bl-istess mod, applika 8, 12, 16 u 20 µl tas-soluzzjoni standard ta' 4-*toluenesulphonamide* (4.2).

6.3.2. Imbagħad ħalli madwar 150 mm jiżviluppaw fis-solvent ta' l-iżvilupp (4.6.1 jew 4.6.2).

6.3.3. Wara li jevapora kompletament is-solvent ta' l-iżvilupp, poġġi l-pjanċa għal minn tnejn sa tliet minuti f'atmosfera ta' fwar tal-kloru, li tiġi prodotta billi tferra madwar 100 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.9) fuq madwar 2 g ta' permanganat tal-potassju (4.8) ġo reċipjent magħluq. Neħħi l-kloru żejjed billi ssaħħan il-pjanċa sa 100 °C għal ħames minuti. Imbagħad roxx ir-reaġent fuq il-pjanċa (4.10).

6.4. ***Kejl***

Wara bejn wieħed u ieħor siegħa, kejjel il-marki vjola permezz ta' foto-densitometru f'525 nm.

6.5. ***Ipplottja l-kurvi ta' kalibrar***

Ipplottja l-valuri ta' l-għoli massimu ta' l-apiċi aċċertati għall-erba' marki ta' 4-*toluenesulphonamide* kontra l-kwantitajiet korrispondenti ta' 4-*toluenesulphonamide* (jiġifieri, 4, 6, 8, 10 µg ta' 4-*toluenesulphonamide* għal kull marka).

7. NOTA

Il-metodu jista' jiġi kkontrollat bl-użu tas-soluzzjoni ta' 0,1 jew 0,2 % (m/v) ta' *chloramine-T* (4.1) ittrattat bl-istess mod bħall-kampjun (6).

8. KALKOLU

Il-kontenut ta' *chloramine-T* tal-kampjun, espress bħala perċentagg bil-massa, huwa kkalkulat kif ġej:

$$\%\ (m/m)\ \text{Sodju } \textit{tosyichloramide} = \frac{1{,}33 \times a}{60 \times m}$$

fejn:

1,33 = il-fattur ta' konversjoni ta' 4-*toluenesulphonamide-chloramine-T,*

a = il-kwantità (f'µg) ta' 4-*toluenesulphonamide* fil-kampjun kif jinqara mill-kurvi ta' kalibrar,

m = il-massa (fi grammi) tal-kampjun meħud.

9. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għall-kontenut ta' *chloramine-T* ta' madwar 0,2 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,03 % (m/m).

DETERMINAZZJONI TAL-FLUWORIN KOLLHA FI KREMI DENTALI

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu hu ddisinjat għad-determinazzjoni tal-fluworin kollha fi kremi dentali. Hu adattat għal livelli li ma jeċċedux il 0,25 %.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' fluworin tal-kampjun iddeterminat skond dan il-metodu huwa espress bħala perċentagg bil-massa.

3. PRINĊIPJU

Id-determinazzjoni hija magħmula bil-kromatografija tal-gass. Il-fluworin mill-kompożizzjonijiet li fihom il-fluworin hu mibdul f'*triethylfluorosilane* (TEFS) b'reazzjoni diretta mal-*chlorotriethylsilane* (TECS) f'soluzzjoni aċida u estratt simultanjament bil-*Xylene* li jkun fih il-*cyclohexane* bħala standard intern.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. Fluworidu tas-sodju, imnixxef f'120 °C għal massa kostanti.

4.2. Ilma, iddistillat darbtejn jew ta' kwalità ekwivalenti.

4.3. Aċidu idrokloriku, d_4^{20} = 1,19 g/ml.

4.4. *Cyclohexane* (CH).

4.5. *Xylene* mingħajr apiċi fil-kromatogramma qabel l-apiċi tas-solvent meta kkromagrafat fl-istess kundizzjonijiet bħall-kampjun (6.1). Jekk ikun hemm bżonn ippurifika d-distillazzjoni (5.8).

([1]) Norm ISO 5725.

4.6. *Chlorotriethylsilane* (TECS Merck jew ekwivalenti).

4.7. ***Soluzzjonijiet standard ta' fluworin***

4.7.1. Soluzzjoni tal-ħażna. 0,250 mg F^-/ml. Iżen b'akkuratezza 138,1 mg ta' fluworidu tas-sodju (4.1) u dewweb fl-ilma (4.2). Itrasferixxi kwantitattivament is-soluzzjoni ġo garafina volumetrika ta' 250 ml (5.5). Dewweb bl-ilma (4.2) sal-marka u ħawwad.

4.7.2. Soluzzjoni tal-ħażna imndewba, 0,050 mg F^-/ml. Itrasferixxi b'pipetta 20 ml tas-soluzzjoni tal-ħażna (4.7.1) ġo garafina volumetrika ta' 100 ml (5.5). Dewweb bl-ilma sal-marka u ħawwad.

4.8. ***Soluzzjoni interna standard***

Ħallat 1 ml ta' *cyclohexane* (4.4) u 5 ml of *Xylene* (4.5).

4.9. *Chlorotriethylsilane*/soluzzjoni standard interna

Itrasferixxi, b'pipetta (5.7), 0,6 ml ta' TECS (4.6) u 0,12 tas-soluzzjoni standard interna (4.8) ġo garafina volumetrika ta' 10 ml. Dewweb bil-*Xylene* (4.5) sal-marka u ħawwad. Ipprepara mill-ġdid ta' kuljum.

4.10. Aċidu perkloriku, 70 % (m/v).

4.11. Aċidu perkloriku, 20 % (m/v) fl-ilma (4.2).

5. APPARAT

5.1. It-tagħmir standard tal-laboratorju.

5.2. Kromatografu tal-gass mgħammar bi strument li jsib tal-jonizzazzjoni tal-fjamma.

5.3. Vortex *swirl mixer* jew ekwivalenti.

5.4. Bühler, xejker, tat-tip SMBI jew ekwivalenti.

5.5. Garafini volumetriċi, 100 u 250 ml, magħmulin mill-polipropilin.

5.6. Tubi ċentrifugi (tal-ħġieġ); ta' 20 ml bit-tapp bil-kamin miksija bit-teflon, tat-tip Sovirel 611-56 jew ekwivalenti. Naddaf it-tubi u t-tappijiet bil-kamin billi xxarabhom għal diversi siegħat fl-aċidu perkloriku (4.11), u wara tlaħlaħhom ħames darbiet wara xulxin bl-ilma (4.2), u fl-aħħar tnixxifhom f'100 °C.

5.7. Pipetti, li jistgħu jiġu aġġustati biex jagħtu volumi ta' 50 u 200 µl bi trufijiet tal-plastika li jintremew.

5.8. Apparat tad-distillazzjoni, mgħammar b'kolonna ta' tliet boċċi Schneider jew kolonna Vigreux ekwivalenti.

6. PROĊEDURA

6.1. ***Analiżi tal-kampjun***

6.1.1. Għażel tubu tal-krema dentali li ma jkunx infetaħ qabel, iftaħ it-tubu u neħħi l-kontenut kollu. Ittrasferixxi ġo kontenitur tal-plastika, ħawwad sewwa u erfa' f'kundizzjonijiet fejn tiġi evitata d-deterjorazzjoni.

6.1.2. Iżen bi preċiżjoni 150 mg (m) tal-kampjun ġo tubu ċentrifugu (5.6), żid 5 ml ta' l-ilma (4.2) u omoġenizza (5.3).

6.1.3. Żid 1 ml ta' *Xylene* (4.5).

6.1.4. Żid f'forma ta' qtar 5 ml ta' aċidu idrokloriku (4.3) u omoġenizza (5.3).

6.1.5. Żid, b'pipetta, 0,5 ml ta' *chlorotriethylsilane*/soluzzjoni standard interna (4.9) ġo tubu ċentrifugu (5.6).

6.1.6. Agħlaq it-tubu bit-tapp bil-kamin (5.6) u ħawwad sewwa għal 45 minuta fuq xejker (5.4) issettjat għal 150 daqqa fil-minuta.

6.1.7. Iċċentrifuga għal 10 minuti f'veloċità tali li tipproduċi separazzjoni ċara tal-fażijiet, iftaħ it-tubu, neħħi s-saff organiku u injetta 3 µl tal-fażi organika fuq il-kolonna tal-kromatografija tal-gass (5.2).

Kumment:

Biex ikun hemm l-elużjoni tal-komponenti kollha, l-proċess idum madwar 20 minuta.

6.1.8. Irrepeti l-injezzjoni, ikkalkola l-proporzjon medju taż-żona ta' l-apiċi (ATEFS/ACH) u aqra l-ammont korrispondenti tal-fluworin (f'milligrammi (m1)) mill-graff tal-kalibrar (6.3).

6.1.9. Ikkalkola l-kontenut totali ta' fluworin tal-kampjun (f'perċentagg bil-massa tal-fluworin) kif indikat fil-paragrafu 7.

6.2. ***Kondizzjonijiet kromatografiċi***

6.2.1. Kolonna: azzar inossidabli.

Tul: 1,8 m.

Dijametru: 3 mm.

Sostenn: Gaschrom Q malja minn 80 sa 100.

Fażi stazzjonarja: żejt tas-silikon DC 200 jew ekwivalenti, 20 %. Ħalli l-kolonna tikkundizzjona ruħha matul il-lejl f'100 °C (il-fluss tal-gass portatur f'25ml ta' nitroġenu fil-minuta) u rrepeti kull lejl. Wara r-raba' jew il-ħames injezzjoni erġa' kkondizzjona l-kolonna billi ssaħħan għal 30 minuta f'100 °C.

Temperaturi:

kolonna: 70 °C,

injettatur: 150 °C,

strument li jsib: 250 °C.

Portatur tal-fluss tal-gass: 35 ml ta' nitroġenu fil-minuta.

6.3. ***Graffika tal-kalibrar***

6.3.1. Poġġi, b'pipetta, ġo serje ta' tubi ċentrifugi (5.6), 0, 1, 2, 3, 4 u 5 ml tas-soluzzjoni standard ta' fluworidu maħlul (4.7.2). Żid il-volum f'kull tubu sa 5 ml bl-ilma (4.2).

6.3.2. Ipproċedi kif deskritt minn 6.13 sa 6.16 inklużi.

6.3.3. Injetta 3 µ l tal-faża organika fuq il-kolonna tal-kromatografu tal-gass (5.2).

6.3.4. Irrepeti l-injezzjoni u kkalkula l-proporzjon medju ta' l-apiċi (ATEFS/ACH).

6.3.5. Ipplottja l-graffika tal-kalibrar billi tagħmel korrellazzjoni tal-massa tal-fluworin (f'milligrammi) fis-soluzzjonijiet standard (6.3.1) u l-proporzjon taż-żona ta' l-apiċi (ATEFS/ACH) mkejjel f'6.3.4. Ikkonnettja l-punti tal-graffika bl-aħjar linja dritta li wieħed jista' jagħmel ikkalkulata b'analiżi ta' rigressjoni.

7. KALKOLU

Il-konċentrazzjoni tal-kontenut kollu tal-fluworin tal-kampjun (f'perċentagg bil-massa tal-fluworin) (% (m/m) F) hi mogħtija bi:

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

meta:

m = il-proporzjon tal-verifika (f'milligrammi) (6.1.2),

m_1 = l-ammont ta' F (f'milligrammi) li jkun inqara mill-graffika tal-kalibrar (6.1.8).

8. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għall-kontenut ta' fluworin ta' madwar 0,15 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,012 % (m/m).

IDENTIFIKAZZJONI U DETERMINAZZJONI TAT-TAĦLITIET TA' ORGANOMERKURJU

KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Il-metodu deskritt hawn taħt jista jintuża sabiex jidentifika u jiddettermina d-derivattivi ta' l-organomerkurju użati bħala preservattivi fil-prodotti kosmetiċi għall-għajnejn Huwa applikabbli għat-*thiomersal* (INN) (*sodium* 2-(*ethylmercuriothio*)*benzoate*) u l-*phenylmercury* u l-imluħa tiegħu.

A. IDENTIFIKAZZJONI

1. PRINĊIPJU

It-taħlitiet ta' l-organomerkurju huma kkomplessati bil-1,5-*diphenyl*-3-*thiocarbazone*. Wara l-estrazzjoni tad-*dithizonate* bit-tetraklorur tal-karbonju, issir il-kromatografija ta' saff baxx tal-ġel tas-silika. Il-marki tad-*dithizonates* jidhru bħala kulur oranġjo.

2. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

2.1. Aċidu sulfuriku, 25 % (v/v).

([1]) Norm ISO 5725.

2.2. 1,5-*diphenyl*-3-*thiocarbazone* (*dithizone*): 0,8 mg f' 100 ml ta' tetraklorur tal-karbonju (2.4).

2.3. Nitroġenu.

2.4. Tetraklorur tal-karbonju.

2.5. Solvent ta' l-iżvilupp: *hexane*/aċetun, (90: 10 (v/v).

2.6. Soluzzjoni standard, 0,001 % fl-ilma ta':

sodium 2-(*ethylmercuriothio*)*benzoate*,

klorur ta' l-*ethylmercury* jew klorur tal-*methylmercury*,

nitrat tal-*phenylmercury* jew aċetat tal-*phenylmercury*,

diklorur tal-merkurju jew di(aċetat) tal-merkurju.

2.7. Pjanċi tal-ġel tas-silika ppreparati lesti (e.g. Merck 5721 jew ekwivalenti).

2.8. Klorur tas-sodju.

3. APPARAT

3.1. It-tagħmir normali tal-laboratorju.

3.2. L-apparat normali ta' TLC.

3.3. Filtru tas-separazzjoni tal-fażijiet.

4. PROĊEDURA

4.1. ***Estrazzjoni***

4.1.1. Dewweb 1 g tal-kampjun ġo tubu ċentrifugu b'titrazzjoni b'20 ml ta' l-ilma ddistillat. Ikseb id-dispersjoni massima u saħħan sa 60 °C ġo banju sħun. Żid 4 g tal-klorur tas-sodju (2.8). Ħawwad. Ħalli jiksaħ.

4.1.2. Iċċentrifuga għal ta' l-anqas 20 minuta f'4 500 rev/min sabiex tissepara l-biċċa l-kbira tas-solidu mil-likwidu. Iffiltra ġo lembut tas-separazzoni u żid 0,25 ml tas-soluzzjoni ta' l-aċidu sulfuriku (2.1).

4.1.3. Agħmel estrazzjoni diversi drabi b'2 jew 3 ml tas-soluzzjoni ta' *dithizone* (2.2) sakemm l-aħħar faži organika tibqa' ħadra.

4.1.4. Iffiltra kull faži organika b'mod sekwenzjali minn ġo filtru tas-separazzjoni tal-fażijiet (3.3).

4.1.5. Evapora sat-tnixxif ġol-fwar tan-nitroġenu (2.3).

4.1.6. Dewweb b'0,5 ml ta' tetraklorur tal-karbonju (2.4). Applika din is-soluzzjoni immedjatament kif inhu ndikat f'4.2.1.

4.2. ***Separazzjoni u identifikazzjoni***

4.2.1. Applika immedjatament 50µl tas-soluzzjoni ta' tetraklorur tal-karbonju miksuba f'4.1.6 fuq pjanċa tal-ġel tas-silika (2.7). Itratta simultanjament 10 ml tas-soluzzjoni standard (2.6) bħal f'4.1 u applika 50 µl tas-soluzzjoni miksuba f'4.1.6 fuq l-istess pjanċa.

4.2.2. Poġġi l-pjanċa fis-solvent (2.5) u ħalli lil din ta' l-aħħar titla' 150 mm. It-taħlitiet ta' organomerkurju jidhru bħala marki kkuluruti li l-kulur tagħhom huwa stabbli, basta li l-pjanċa tkun koperta bi pjanċa tal-ħġieġ immedjetament malli jevapora s-solvent.

Per eżempju, l-valuri Rf li ġejjin huma miksuba:

	Rf	Kulur
Thiomersal	0,33	Oranġjo
Klorur tal-*ethylmercury*	0,29	Oranġjo
Klorur tal-*methylmercury*	0,29	Oranġjo
Imluħa tal-*phenylmercury*	0,21	Oranġjo
Imluħa tal-merkurju (II)	0,10	Oranġjo
Di(aċetat) tal-merkurju	0,10	Oranġjo
1,5-*diphenyl*-3-*thiocarbazone*	0,09	Roża

B. DETERMINAZZJONI

1. DEFINIZZJONI

Il-kontenut tat-taħlitiet ta' l-organomerkurju fil-kampjun kif iddeterminati skond dan il-metodu huma espressi bħala perċentagg bil-massa (m/m) bħala merkurju fil-kampjun.

2. PRINĊIPJU

Il-metodu jikkonsisti fil-kejl tal-kwantità tal-merkurju kollu preżenti. Għalhekk hemm bżonn li wieħed l-ewwel jassigura li mhemm l-ebda merkurju fi stat inorganiku preżenti u li jidentifika d-derivattiv ta' l-organomerkurju li hemm fil-kampjun. Wara l-mineralizzazzjoni, l-merkurju meħlus huwa mkejjel b'assorbiment atomiku ta' mingħajr fjamma.

3. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

3.1. Aċidu nitriku kkonċentrat, d_4^{20} = 1,41 g/ml.

3.2. Aċidu sulfuriku kkonċentrat, d_4^{20} = 1,84 g/ml.

3.3 Ilma redistillat.

3.4 Permanganat tal-potassju, 7 % (m/v) soluzzjoni.

3.5 *Hydroxylammonium* tal-klorur, 1,5 % (m/v) soluzzjoni.

3.6 Dipotassium peroxodisulphate, 5 % (m/v) soluzzjoni.

3.7 *Tin dichloride*, 10 % (m/v) soluzzjoni.

3.8 Aċidu idrokloriku kkonċentrat, d_4^{20} = 1,18 g/ml.

3.9 *Palladium dichloride impregnated glass wool*, 1 % (m/v).

4. APPARAT

4.1. It-tagħmir normali tal-laboratorju.

4.2. Apparat għad-determinazzjoni tal-merkurju b'assorbiment atomiku ta' mingħajr fjamma (it-teknika ta' fwar kiesaħ), li jinkludi l-oġġetti tal-ħġieġ neċessarji. Tul tal-linja taċ-ċellola ta' l-anqas 100 mm.

5. PROĊEDURA

Ħu l-miżuri kollha normali ta' prekawzjoni għall-analiżi ta' traċċi tal-merkurju.

5.1. ***Tkissir***

5.1.1. Iżen b'akkuratezza 150 mg tal-kampjun (m). Żid 10 ml ta' l-aċidu nitriku (3.1) u ħalli jittratta għal tliet sigħat ġo garafina mitbuqa kontra l-influss ta' l-arja f'banju ta' l-ilma f'55 C, billi tħawwad f'intervalli regolari. Fl-istess ħin, agħmel verifika fil-bjank fuq ir-reaġenti.

5.1.2. Wara t-tkessiħ, żid 10 ml ta' l-aċidu sulfuriku (3.2) u erġa' qiegħed fil-banju ta' l-ilma f'55 °C għal 30 minuta.

5.1.3. Poġġi l-garafina ġo banju tas-silġ u b'attenzjoni żid 20 ml ta' ilma (3.3).

5.1.4. Żid 2 ml alikwoti ta' 7 % ta' soluzzjoni tal-permanganat tal-potassju (3.4) sakemm is-soluzzjoni żżomm il-kulur. Erġa' qiegħed fil-banju ta' l-ilma f'55 °C għal 15-il minuta oħra.

5.1.5. Żid 4 ml tas-soluzzjoni ta' *dipotassium peroxodisulphate* (3.6). Kompli saħħan il-banju ta' l-ilma f'55 °C għal 30 minuta.

5.1.6. Ħalli jiksaħ u ttrasferixxi l-kontenut tal-garafina ġo garafina normali ta' 100 ml. Laħlaħ il-garafina b'5 ml tal-klorur *hydroxylammonium* (3.5) imbagħad laħlaħ erba' darbiet b'10 ml ta' ilma (3.3). Is-soluzzjoni għandu jitneħħilha l-kulur kompletament. Żid sal-marka bl-ilma (3.3).

5.2. ***Determinazzjoni***

5.2.1. Poġġi 10 ml tas-soluzzjoni tal-verifika (5.1.6) ġo reċipjent tal-ħġieġ għad-determinazzjoni tal-merkurju bi fwar kiesaħ (4.2). Dewweb ma' 100 ml ta' l-ilma (3.3) u sussegwentement 5 ml ta' l-aċidu sulfuriku (3.2) u 5 ml tas-soluzzjoni tad-diklorur tal-landa (3.7). Ħawwad wara kull żieda. Stenna għal 30 sekonda biex tirriduċi l-merkurju joniku kollu għall-istat metalliku u ħu qari (n).

5.2.2. Poġġi ftit *palladium dichloride impregnated glass wool* (3.9) bejn ir-reċipjent tat-tnaqqis tal-merkurju u ċ-ċellula ta' fluss ta' l-istrument (4.2). Irrepeti 5.2.1 u rrikordja l-qari. Jekk il-qari mhux żero, l-mineralizzazzjoni ma kinetx kompluta u l-analiżi trid tiġi rrepetuta.

6. KALKOLAZZJONI

Ħalli:

m = il-massa (f'milligrammi) tal-kampjun tal-verifika.

n = il-kwantità ta' merkurju (f'µg) li jinqara fuq l-istrument.

Il-kwantità ta' merkurju, espressa bħala merkurju, bħala perċentagg bil-massa, hi kkalkulata bil-formula:

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

7. NOTI

7.1. Biex ittejjeb il-mineralizzazzjoni jista' jkun hemm bżonn li tibda billi ddewweb l-kampjun.

7.2. Jekk ikun hemm suspett li l-merkurju qed jiġi assorbit mis-substrata, għandha ssir determinazzjoni kwantitattiva bil-metodu taż-żidiet standard.

8. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Fil-każ ta' konċentrazzjonijiet tal-merkurju ta' 0,007 % id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq il- kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,00035 %.

DETERMINAZZJONI TA' L-ALKALI U TAS-SULFIDI ALKALINI TAT-TRAB NATURALI

1. KAMP U QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jiddiskrivi d-determinazzjoni tas-sulfidi preżenti fi prodotti kosmetiċi. Il-preżenza ta' *thiols* jew xi aġenti tat-tnaqqis oħrajn (li jinkludu s-sulfidi) ma tinterferixxix.

2. DEFINIZZJONI

Il-konċentrazzjoni tas-sulfidi ddeterminata b'dan il-metodu hi espressa bħala perċentagg ta' kubrit bil-massa.

3. PRINĊIPJU

Wara l-aċidifikazzjoni tal-medja, il-kubrit idroġenu jinġarr ma' fluss tan-nitroġenu u mbagħad jiġi ffissat fil-forma ta' sulfid tal-kadmju. Dan ta' l-aħħar huwa ffiltrat u mlaħlaħ u mbagħad iddeterminat bil-jodometrija.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

([1]) Norm ISO 5725.

4.1. Aċidu idrokloriku kkonċentrat, d_4^{20} = 1,19 g/ml.

4.2. Tiosulfat tas-sodju, soluzzjoni standard 0,1 M.

4.3. Jodju, soluzzjoni standard 0,05 M.

4.4. Sulfid tad-disodju.

4.5 Di(aċetat) tal-kadmju.

4.6 Ammonja kkonċentrata, d_4^{20} = 0,90 g/ml.

4.7. Soluzzjoni ammonijaka ta' di(aċetat) tal-kadmju: dewweb 10 g ta' di(aċetat) tal-kadmju (4.5) ġo approssimament 50 ml ta' l-ilma. Żid l-ammonja (4.6) sakemm il-materja solida terġa' ddub (i.e., bejn wieħed u ieħor 20 ml). Żid sal-marka 100 ml bl-ilma.

4.8. Nitroġenu.

4.9. Soluzzjoni ta' ammonja M.

5. APPARAT

5.1. It-tagħmir normali tal-laboratorju.

5.2. Garafina tal-qiegħ tond ta' 100 ml bi tliet għenuq standard tal-ħġieġ matt.

5.3. Żewġ garafini koniċi ta' 150 ml b'għenuq tal-ħġieġ matt, mgħammra b'apparat li jinkludi dip tube u tubu tal-ħruġ fil-ġenb biex jillibera l-gass li jkun qed jinġarr.

5.4. Lembut taż-żennuna twila.

6. PROĊEDURA

6.1. ***Il-ġarr tas-sulfidi***

6.1.1. Ħu pakkett li ma nfetaħx qabel. Iżen, b'akkuratezza massa (m) (espressa fi grammi) tal-prodott li tikkorrispondi ma' mhux aktar minn 30 mg ta' joni tas-sulfid ġo garafina tal-qiegħ tond (5.2). Żid 60 ml ta' l-ilma u żewġ qatriet tal-likwidu ta' kontra r-ragħwa.

6.1.2. Ittrasferixxi 50 ml tas-soluzzjoni (4.7) f'kull wieħed miż-żewġ garafini koniċi (5.3).

6.1.3. Waħħal il-lembut tat-tqattir, it-tube tad-*dip* u t-tubu tal-ħruġ fuq il-garafina tal-qiegħ tond (5.2). Ikkonnettja t-tubu tal-ħruġ mal-garafini koniċi (5.3) mqiegħda f'serje permezz ta' tubi tal-PVC.

NB: L-apparat tal-ġarr irid jgħaddi mill-verifika ta' kontra t-tixrid kif ġej: b'simulazzjoni tal-kondizzjonijiet tal-verifika, biddel il-prodott li għandu jiġi ddeterminat bi 10 ml ta' soluzzjoni ta' sulfid (ippreparata minn 4.4) li fiha "X mg" ta' sulfid (iddeterminat jodometrikament). Ħalli "Y" ikun in-numru ta' milligrammi ta' sulfidi li nstabu fit-tmiem ta' din l-operazzjoni. Id-differenza bejn il-kwantità "X" u l-kwantità "Y" ma tridx teċċedi 3 %.

6.1.4. Għaddi n-nitroġenu (4.8) għal 15-il minuta, f'rata ta' żewġ bżieżaq kull sekonda, sabiex toħroġ l-arja li jkun hemm fil-garafina tal-qiegħ tond (5.2).

6.1.5. Saħħan il-garafina tal-qiegħ tond sa 85 ± 5 °C.

6.1.6. Waqqaf il-fwar tan-nitroġenu (4.8) u żid 40 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.1) qatra, qatra.

6.1.7. Erġa' qabbad il-fwar tan-nitroġenu (4.8) meta kważi l-aċidu kollu jikun ġie trasferit, u ħalli siġill minimu ta' likwidu biex tipprevjeni t-telf tas-sulfidi ta' l-idroġenu.

6.1.8. Waqqaf it-tisħin wara 30 minuta. Ħalli l-garafina (5.2) tiksaħ u kompli għaddi l-fwar tan-nitroġenu (4.8) għal mill-anqas siegħa u nofs.

6.2. ***Titrazzjoni***

6.2.1. Iffiltra s-sulfidi tal-kadmju minn ġo lembut taż-żennuna twila (5.4).

6.2.2. Laħlaħ il-garafini koniċi (5.3) l-ewwel bis-soluzzjoni ta' l-ammonja (4.9) u ferragħ fuq il-filtru. Imbagħad laħlaħ b'ilma ddistillat u uża l-ilma biex taħsel il-materja solida li tibqa' fil-filtru.

6.2.3. Temm il-ħasil tal-materja solida b'100 ml ta' ilma.

6.2.4. Poġġi l-filtru tal-karta fl-ewwel garafina konika li kien fiha l-materja solida. Żid 25 ml (n1) tas-soluzzjoni ta' jodju (4.3), approssimament 20 ml ta' l-aċidu idrokloriku (4.1) u 50 ml ta' l-ilma ddistillat.

6.2.5. Iddetermina l-eċċess tal-jodju billi tuża' s-soluzzjoni tat-tiosulfat tas-sodju (n_2) (4.2).

7. KALKOLAZZJONI

Il-kontenut tas-sulfidi tal-kampjun, espressi bħala kubrit, bħala perċentagg bil-massa, hu kkalkulat bil-formula:

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

meta:

n_1 = in-numru (f'millilitri) tas-soluzzjoni standard ta' jodju (4.3) użata,

x_1 = il-molarità ta' din is-soluzzjoni,

n_2 = in-numru (f'millilitri) tas-soluzzjoni standard tat-tiosulfat tas-sodju (4,2),

x_2 = il-molarità ta' din is-soluzzjoni,

m = il-massa (fi grammi) tal-kampjun tal-verifika.

8. IR-RATA TA' REPETIZZJONI ([1])

Għall-kontenut ta' sulfidi ta' madwar 2 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet magħmula f'parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,2 % (m/m).

([1]) Norm ISO 5725.