31980L1335

31.12.1980. *EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS* L 383/27

KOMISIJAS PIRMĀ DIREKTĪVA

(1980. gada 22. decembris)

par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz analīzes metodēm, kas vajadzīgas, lai pārbaudītu kosmētikas līdzekļu sastāvu

(80/1335/EEK)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

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

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

tā kā pēc iespējas īsā laikā būtu jānosaka visas vajadzīgās analīzes metodes; tā kā pirmais solis šajā virzienā ir noteikt metodes paraugu ņemšanai, laboratorijas paraugu apstrādei, brīvo nātrija un kālija hidroksīdu kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai, to skābeņskābes un sārmu metālu sāļu kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai matu kopšanas līdzekļos, hloroforma kvantitatīvai noteikšanai zobu pastās un cinka kvantitatīvai noteikšanai, un fenolsulfoskābes kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai;

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

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

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

— ņem paraugus,

— testa paraugus laboratorijā sagatavo,

— kvalitatīvi un kvantitatīvi noteic brīvo nātrija un kālija hidroksīdu,

— kvalitatīvi un kvantitatīvi noteic skābeņskābes un sārmu metālu sāļus matu kopšanas līdzekļos,

— kvantitatīvi noteic hloroformu zobu pastās,

— kvantitatīvi noteic cinku,

— kvalitatīvi un kvantitatīvi noteic fenolsulfonskābi,

saskaņā ar pielikumā aprakstītajām metodēm.

2. pants

Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvi un administratīvi akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības ne vēlāk kā līdz 1982. gada 31. decembrim.

Par tiem dalībvalstis tūlīt informē Komisiju.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1980. gada 22. decembrī

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

Richard BURKE

[1] OV L 262, 27.9.1976., 169. lpp.
[2] OV L 192, 31.7.1979., 35. lpp.

PIELIKUMS

I. **KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻU PARAUGU ŅEMŠANA**

1. PIEMĒROŠANAS JOMA UN NOZARE

Kosmētikas līdzekļu paraugu ņemšana ir aprakstīta, ņemot vērā to analīzes dažādajās laboratorijās.

2. DEFINĪCIJAS

2.1. *Atsevišķais paraugs:*

vienība, kas ņemta no pārdošanai piedāvātas partijas.

2.2. *Kopējais paraugs:*

tādu paraugu kopums, kuriem ir viens un tas pats partijas numurs.

2.3. *Laboratorijas paraugs:*

kopējā parauga reprezentatīva frakcija, kas jāanalizē atsevišķās laboratorijās.

2.4. *Analizējamais daudzums:*

reprezentatīvs laboratorijas parauga daudzums, kas vajadzīgs vienai analīzei.

2.5. *Trauks:*

priekšmets, kurā ievietots produkts un kurš ar to nepārtraukti saskaras.

3. PARAUGU ŅEMŠANA

3.1. Kosmētikas līdzekļu paraugus ņem to oriģinālajos traukos, ko neatvērtus nosūta laboratorijai.

3.2. Attiecībā uz kosmētikas līdzekļiem, ko laiž tirgū neiepakotus vai pārdod mazumtirdzniecībā iepakojumā, kurš atšķiras no ražotāja oriģinālā iepakojuma, lietošanas vai pārdošanas vietā jāizsniedz attiecīgas paraugu ņemšanas instrukcijas.

3.3. Atsevišķo paraugu skaitu, kas vajadzīgs, lai sagatavotu laboratorijas paraugu, nosaka ar analītisko metodi un katrā laboratorijā veicot vairākas analīzes.

4. PARAUGU IDENTIFIKĀCIJA

4.1. Paraugi jāapzīmogo gan to ņemšanas, gan identifikācijas vietā saskaņā ar attiecīgajā dalībvalstī spēkā esošajiem noteikumiem.

4.2. Katram atsevišķam paraugam pievieno šādas norādes:

— kosmētikas līdzekļa nosaukums,

— parauga ņemšanas diena, laiks un vieta,

— par parauga ņemšanu atbildīgās personas vārds,

— kontroles iestādes nosaukums.

4.3. Ziņojumu par paraugu ņemšanu izstrādā saskaņā ar attiecīgajā dalībvalstī spēkā esošajiem noteikumiem.

5. PARAUGU GLABĀŠANA

5.1. Atsevišķie paraugi jāglabā saskaņā ar ražotāja instrukcijām, kas sniegtas uz etiķetes.

5.2. Ja vien nav precizēti citi nosacījumi, tad laboratorijas paraugus glabā tumšā vietā 10 līdz 25 °C temperatūrā.

5.3. Atsevišķos paraugus drīkst atvērt tikai tieši pirms analīzes.

II. **ANALIZĒJAMO DAUDZUMU SAGATAVOŠANA LABORATORIJĀ**

1. VISPĀRĪGI NOTEIKUMI

1.1. Ja iespējams, katru atsevišķo paraugu analizē atsevišķi. Ja atsevišķais paraugs ir pārāk mazs, tad jāizmanto minimāls atsevišķo paraugu skaits. Pirms ņem analizējamo daudzumu, tie labi jāsajauc.

1.2. Inertā gāzē atver trauku, ja tā norādīts analīzes metodē, un pēc iespējas ātri vajadzīgā skaitā paņem analizējamos daudzumus. Analīze jāizdara pēc iespējas drīz. Ja paraugs jāsaglabā, tad inertā gāzē vēlreiz jānoslēdz trauks.

1.3. Kosmētikas līdzekļi var būt šķidrā vai cietā, vai pussķidrā stāvoklī. Ja sākotnēji homogēns kosmētikas līdzeklis sadalās pa fāzēm, tad, pirms ņem analizējamo daudzumu, tas vēlreiz jāhomogenizē.

1.4. Ja kosmētikas līdzekli laiž pārdošanā īpašā veidā un tāpēc to nevar apstrādāt saskaņā ar šīm instrukcijām, un ja attiecīgās pārbaudes metodes nav paredzētas, tad var pieņemt oriģinālu procedūru ar noteikumu, ka to apraksta analīzes ziņojumā.

2. ŠĶIDRIE KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻI

2.1. Tie var būt tādi kosmētikas līdzekļi kā šķīdumi eļļā, spirtā un ūdenī, tualetes ūdeņi, losjoni vai pieniņi, un tie var būt iepakoti flakonos, pudelēs, ampulās vai tūbiņās.

2.2. **Analizējamo daudzumu ņem šādi:**

— pirms atver trauku, to spēcīgi sakrata,

— atver trauku,

— dažus mililitrus šķidruma ielej mēģenē, lai vizuāli novērtētu tā īpašības nolūkā paņemt analizējamo daudzumu,

— noslēdz trauku, vai

— paņem vajadzīgos analizējamos daudzumus,

— rūpīgi noslēdz trauku.

3. PUSŠĶIDRIE KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻI

3.1. Tie var būt tādi kosmētikas līdzekļi kā pastas, krēmi, emulsijas un želejas, un tie var būt iepakoti tūbiņās, plastikas pudelēs vai burciņās.

3.2. **Analizējamo daudzumu ņem:**

3.2.1. no traukiem ar šauru kaklu - noņem vismaz pirmo centimetru kosmētikas līdzekļa, izspiež analizējamo daudzumu un tūlīt noslēdz trauku,

3.2.2. no traukiem ar platu kaklu - vienmērīgi nokasa virsmu, atdalot virsējo slāni, izņem analizējamo daudzumu un tūlīt noslēdz trauku.

4. CIETIE KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻI

4.1. Tie var būt tādi kosmētikas līdzekļi kā birstoši pūderi, presēti pūderi, zīmuļi, un tie var būt dažādos traukos.

4.2. Analizējamo daudzumu ņem:

4.2.1. birstošu pūderi pirms izpakošanas vai atvēršanas spēcīgi sakratot. Atver un atdala analizējamo daudzumu.

4.2.2. No presēta pūdera vai zīmuļa vienmērīgi nokasa virsējo slāni. Analizējamo daudzumu ņem no atsegtā slāņa.

5. PAAUGSTINĀTĀ SPIEDIENĀ PILDĪTI KOSMĒTIKAS LĪDZEKĻI (aerosoli)

5.1. Šie produkti ir definēti Padomes 1975. gada 20. maija Direktīvas 75/324/EEK [1] 2. pantā.

5.2. **Analizējamais daudzums:**

Kad aerosola trauks ir spēcīgi sakratīts, reprezentatīvu daudzumu no tā satura ar piemērotu savienotāju (skat., piemēram, 1. attēlu: īpašos gadījumos analīzes metodē var paredzēt citus savienotājus) pārnes uz stikla pudeli, kas pārklāta ar plastiku (4. attēls) un kam pielikts aerosola ventilis, bet kam nav sifona caurules. Pārnesot daudzumu, pudeli tur ar ventili uz leju. Tā pārnesot, saturs kļūst skaidri redzams vienā no šādiem četriem veidiem:

[1] OV L 147, 9.6.1975., 40. lpp.

5.2.1. Aerosols homogēna šķīduma veidā tiešai analīzei.

5.2.2. Aerosols, kas sastāv no divām šķidrām fāzēm. Katru fāzi var analizēt pēc tam, kad apakšējā fāze ir pārnesta uz citu pudeli. Šajā gadījumā pirmo pudeli tur ar ventili uz leju. Tādā gadījumā apakšējā fāze bieži ir ūdeņaina, un tajā nav propelenta (piem., butāna un ūdens maisījuma).

5.2.3. Aerosols, kas satur suspendētu pulveri. Šķidro fāzi var analizēt pēc pulvera atdalīšanas.

5.2.4. Kosmētikas līdzeklis putu vai krēma veidā. Vispirms pudelē precīzi iesver 5 līdz 10 g 2-metoksietanola. Šī viela novērš putu veidošanos degazācijas laikā un dod iespēju izvadīt propelentās gāzes, nezaudējot šķidrumu.

5.3. **Piederumi**

Savienotājs (1. attēls) ir izgatavots no dūralumīnija vai misiņa. Tas konstruēts tā, ka ar polietilēna adapteru to var pielāgot dažādām ventiļu sistēmām. Piemēram, var lietot citus savienotājus. (Skat. 2. un 3. attēlu.)

Pudele (4. attēls) izgatavota no parastā stikla, kas no ārpuses pārklāts ar caurspīdīgas plastikas aizsargslāni. Tās tilpums ir no 50 līdz 100 ml. Tai pielikts aerosola ventilis bez sifona caurules.

5.4. **Metode**

Lai varētu pārnest pietiekamu daudzumu parauga, no pudeles izpūš gaisu. Šajā nolūkā pa savienotāju ievada aptuveni 10 ml dihlordifluormetāna vai butāna (atkarībā no analizējamā kosmētikas līdzekļa) un, turot pudeli ar ventili augstākajā stāvoklī, pilnīgi degazē, līdz izzūd šķidrā fāze. Noņem savienotāju. Nosver pudeli ("a" grami). Spēcīgi sakrata aerosolu, no kura ņemams paraugs. Pievieno savienotāju pie paraugam ņemamā aerosola trauka ventiļa (trauku turot ar ventili uz augšu), pieliek pudeli (ar kaklu uz leju) pie savienotāja. Piepilda apmēram divas trešdaļas pudeles. Ja pārnešana beidzas priekšlaicīgi tāpēc, ka izlīdzinājies spiediens, to var atjaunot, atdzesējot pudeli. Noņem savienotāju, nosver pudeli ("b" grami) un nosaka pārnestā aerosola parauga svaru, m_1 ($m_1 = b - a$).

Šādi iegūto paraugu var izmantot:

1) standarta ķīmiskajai analīzei;

2) gaistošo komponentu analīzei gāzu hromatogrāfijā.

5.4.1. *Ķīmiskā analīze*

Turot pudeli ar ventili uz augšu, dara turpmāko:

— degazē. Ja degazējot rodas putas, izmanto pudeli, kurā pa savienotāju ar šļirci iepriekš ievadīts precīzi nosvērts daudzums (5 līdz 10 g) 2-metoksietanola,

— pabeidz gaistošo komponentu atdalīšanu bez zudumiem, kratot ūdens vannā, kurā uztur 40 °C temperatūru. Noņem savienotāju,

— vēlreiz nosver pudeli (c grami), lai noteiktu atlikuma masu m_2 ($m_2 = c - a$)

(*NB*:aprēķinot atlikuma masu, atņem izmantotā 2-metoksietanola masu),

— noņemot ventili, atver pudeli,

— pilnīgi izšķīdina atlikumu zināmā daudzumā attiecīga šķīdinātāja,

— veic alikvotās daļas kvantitatīvu analīzi.

Aprēķinos izmanto šādas formulas:

$$R = \frac{r \times m_2}{m_1} \text{ un } \quad Q = \frac{R \times P}{100},$$

kur:

m_1 = pudelē ievadītā aerosola masa;

m_2 = atlikuma masa pēc karsēšanas 40 °C temperatūrā;

r = attiecīgās vielas procentuālais daudzums m_2 (ko noteic pēc attiecīgās metodes);

R = attiecīgās vielas procentuālais daudzums analīzei saņemtajā aerosolā;

Q = attiecīgās vielas kopējā masa aerosola traukā;

P = aerosola (atsevišķā parauga) tīrā sākuma masa.

5.4.2. *Gaistošo komponentu analīze gāzu hromatogrāfijā*

5.4.2.1. Princips

Ar gāzu hromatogrāfijas šļirci no pudeles paņem attiecīgu daudzumu. Šļirces saturu ievada gāzu hromatogrāfā.

5.4.2.2. Piederumi

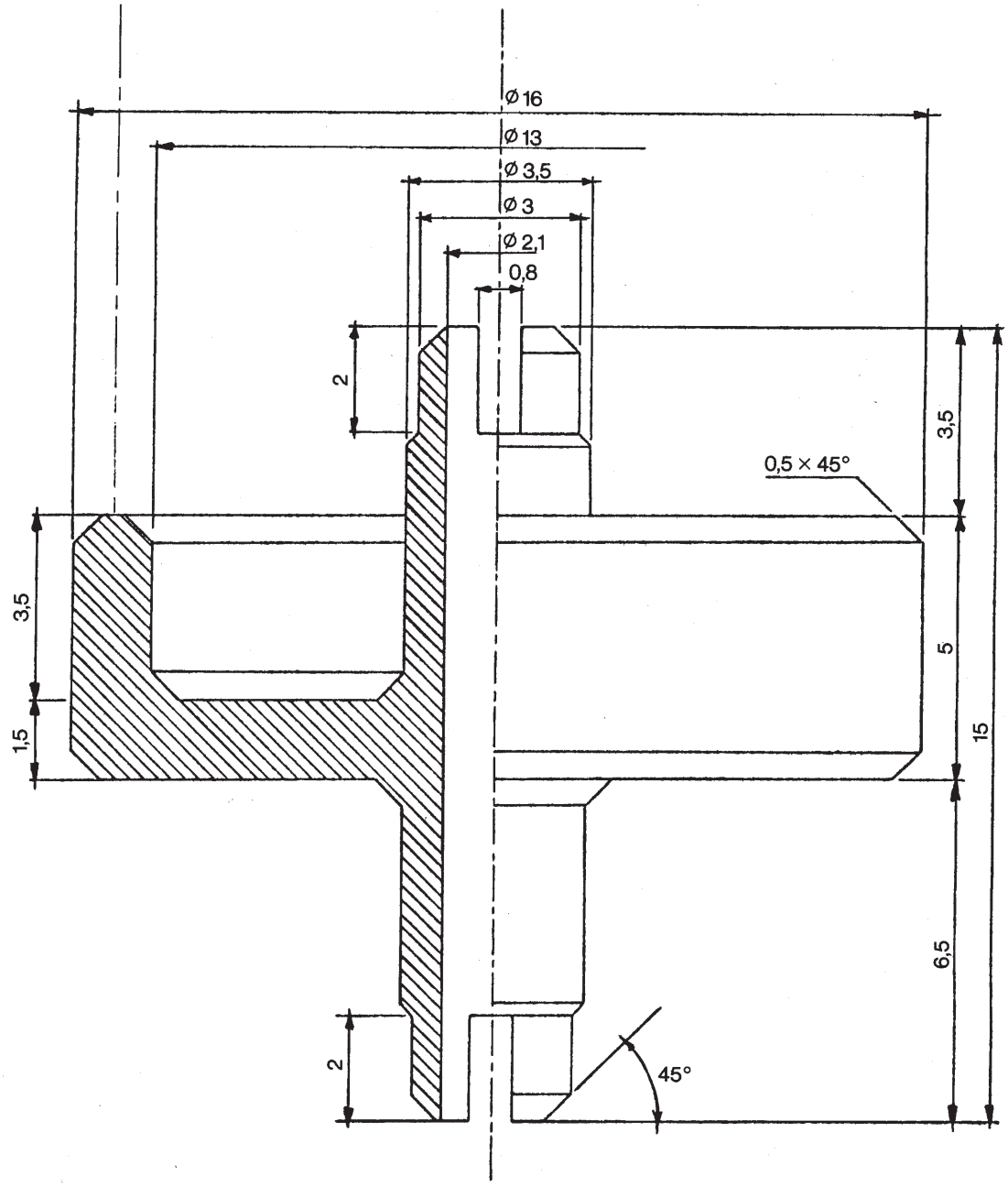
A_2 sērijas 25 µl vai 50 µ (5. attēls), vai līdzvērtīga gāzu hromatogrāfijas šļirce precīzai parauga tilpuma nomērīšanai. Šai šļircei adatas galā pielikts ventilis. Ar savienotāju, kas piestiprināts pie pudeles, un pie šļirces piestiprinātu polietilēna cauruli (garums 8 mm, iekšējais diametrs 2,5 mm), šļirce savienota ar pudeli.

5.4.2.3. Metode

Kad pudelē iepildīts attiecīgs daudzums aerosola, šļirces konisko galu pievieno pie pudeles, kā aprakstīts 5.4.2.2. iedaļā. Atver ventili un iesūknē atbilstīgu daudzumu šķidruma. Izvada gāzes burbuļus, vairākas reizes apgriežot virzuli (vajadzības gadījumā atdzesē šļirci). Kad šļircē ir attiecīgais daudzums šķidruma bez burbuļiem, aizver ventili un atvieno šļirci no pudeles. Pieliek adatu, ievada šļirci gāzu hromatogrāfa inžektorā, atver ventili un ievada šļirces saturu.

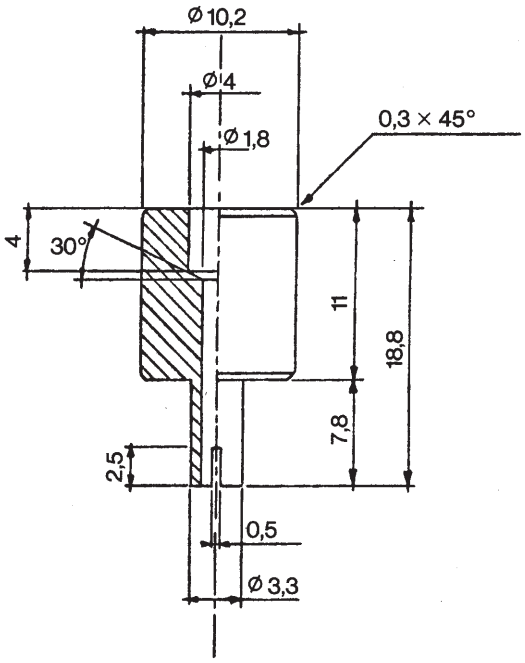
5.4.2.4. Iekšējais standarts

Ja vajadzīgs iekšējais standarts, to ievada pudelē (ar parastu stikla šļirci, izmantojot savienotāju).



1. attēls

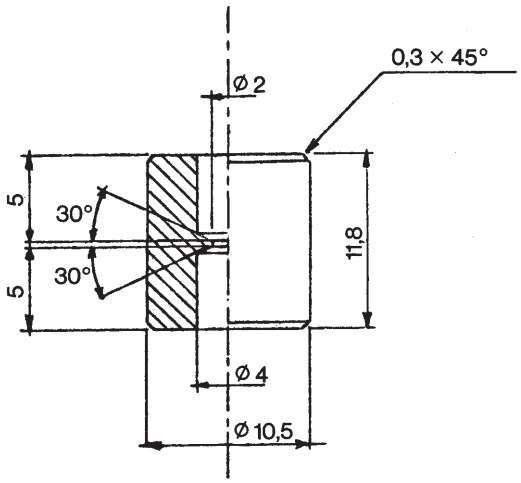
Savienotājs P_1



2. attēls

Savienotājs M_2

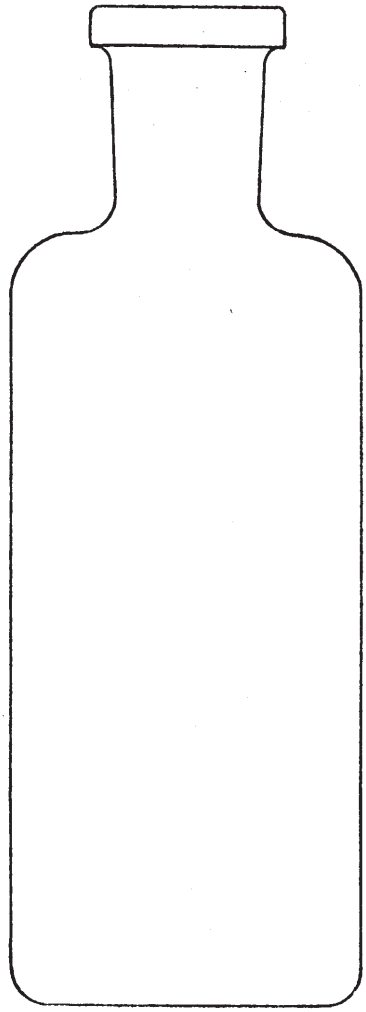
pārejai starp aptveramajiem un aptverošajiem ventiļiem



3. attēls

Savienotājs M_1

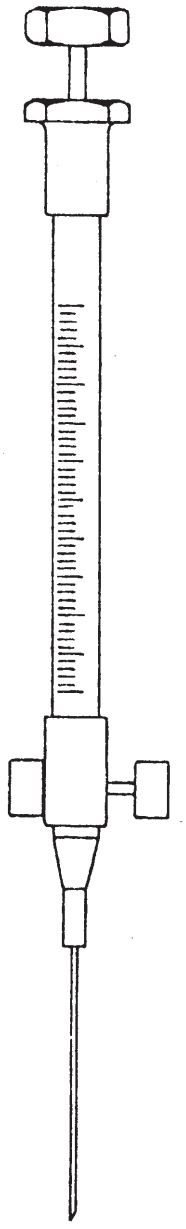
pārejai starp diviem aptveramajiem ventiļiem



4. attēls

Pudele

Ietilpība no 50 līdz 100 ml



5. attēls

Šļirce gāzes paraugam

III. BRĪVO NĀTRIJA UN KĀLIJA HIDROKSĪDU KVANTITATĪVA UN KVALITATĪVA NOTEIKŠANA

1. PIEMĒROŠANAS JOMA UN NOZARE

Ar šo metodi precizē procedūru kvalitatīvai lielu daudzumu brīvo nātrija un/vai kālija hidroksīdu noteikšanai kosmētikas līdzekļos un kvantitatīvai brīvo nātrija un/vai kālija hidroksīdu noteikšanai matu ieveidošanas līdzekļos un šķīdinātājos, kas paredzēti nagu valnīša atbīdīšanai.

2. NOTEIKŠANA

Brīvo nātrija un kālija hidroksīdu noteic pēc skābes standartšķīduma tilpuma, kas vajadzīgs, lai ar zināmiem nosacījumiem neitralizētu kosmētikas līdzekli, iegūto daudzumu izsakot % m/m brīvā nātrija hidroksīda.

3. PRINCIPS

Paraugu izšķīdina vai disperģē ūdenī un titrē ar skābes standartšķīdumu. Pievienojot skābi, reģistrē pH vērtību: vienkārša nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma beigu punkts ir krass lēciens pH vērtībā.

Vienkāršās titrēšanas līkni var izmainīt:

a) amonjaks un citas vājas organiskās bāzes, kurām pašām titrēšanas līkne ir bez krasa lēciena. Pēc šīs metodes amonjaku atdala, destilējot vakuumā istabas temperatūrā;

b) vāju skābju sāļi, kas titrēšanas līknē var radīt vairākus lēcienus. Tādos gadījumos tikai līknes sākumdaļa līdz pirmajam lēcienam atbilst brīvā nātrija vai kālija hidroksīda hidroksiljona neitralizācijai.

Ja vāju neorganisko skābju sāļi rada būtiski traucējošu ietekmi, tad veic alternatīvu titrēšanu spirtā.

Lai gan teorētiski ir iespējams, ka augsto pH līmeni nosaka citas stipras šķīstošas bāzes, piemēram, litija hidroksīds, četraizvietotais amonija hidroksīds, to klātbūtnes varbūtība šā veida kosmētikas līdzekļos ir ļoti maza.

4. KVALITATĪVĀ NOTEIKŠANA

4.1. **Reaģenti**

4.1.1. Sārma standarta buferšķīdums ar pH 9,18 25 °C temperatūrā: 0,05 M nātrija tetraborāta dekahidrāta.

4.2. **Iekārta**

4.2.1. Parastie laboratorijas stikla trauki

4.2.2. pH metrs

4.2.3. Stikla membrānas elektrods

4.2.4. Kalomela standartelektrods.

4.3. **Procedūra**

Kalibrē pH metru ar elektrodiem, izmantojot standarta buferšķīdumu.

Sagatavo analizējamā kosmētikas līdzekļa 10 % šķīdumu vai dispersiju ūdenī un izfiltrē. Izmēra pH. Ja pH ir 12 vai vairāk, tad jāizdara kvantitatīva noteikšana.

5. KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

5.1. **Titrēšana ūdens vidē**

5.1.1. *Reaģents*

5.1.1.1. Standarta 0,1 n sālsskābe

5.1.2. *Iekārta*

5.1.2.1. Parastie laboratorijas stikla trauki

5.1.2.2. pH metrs, vēlams ar pašrakstītāju

5.1.2.3. Stikla membrānas elektrods

5.1.2.4. Kalomela standartelektrods.

5.1.3. *Procedūra*

Vārglāzē ar 150 ml tilpumu precīzi iesver analizējamo daudzumu no 0,5 līdz 1,0 g. Ja klāt ir amonjaks, pievieno dažus vārķermeņus, liek vārglāzi vakuumeksikatorā, pievieno ūdensstrūklas sūkni, līdz amonjaka smarža vairs nav konstatējama (apmēram trīs stundas).

Pievieno 100 ml ūdens, izšķīdina vai iemaisa atlikumu un, titrējot ar 0,1 n sālsskābes šķīdumu (5.1.1.1. iedaļa), reģistrē pH izmaiņas (5.1.2.2. iedaļa).

5.1.4. *Aprēķins*

Noteic lēciena punktus titrēšanas līknēs. Ja pirmais lēciena punkts ir zem pH 7 līmeņa, tad paraugā nav nātrija vai kālija hidroksīda.

Ja līknē ir divi vai vairāki lēciena punkti, tad nozīmīgs ir tikai pirmais.

Atzīmē titranta tilpumu šajā pirmajā lēciena punktā.

Titranta tilpumu apzīmē ar V, izsaka ml,

analizējamā daudzuma masu gramos apzīmē ar M.

Nātrija un/vai kālija hidroksīdu saturu paraugā izsaka % un aprēķina pēc formulas:

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

Iespējams, ka pretēji norādēm par nātrija un/vai kālija hidroksīdu klātbūtni lielā daudzumā, titrēšanas līknē neparādās skaidrs lēciena punkts. Tādā gadījumā kvantitatīvā noteikšana būtu jāatkārto izopropanolā.

5.2. **Titrēšana izopropanolā**

5.2.1. *Reaģenti*

5.2.1.1. Izopropanols

5.2.1.2. 1,0 N sālsskābes standartšķīdums

5.2.1.3. Atšķaidot 1,0 N sālsskābi ar izopropanolu, tieši pirms lietošanas sagatavo 0,1 N sālsskābi izopropanolā.

5.2.2. *Iekārta*

5.2.2.1. Parastie laboratorijas stikla trauki

5.2.2.2. pH metrs, vēlams ar pašrakstītāju

5.2.2.3. Stikla membrānas elektrods

5.2.2.4. Kalomela standartelektrods.

5.2.3. *Procedūra*

Vārglāzē ar 150 ml tilpumu precīzi iesver analizējamo daudzumu no 0,5 līdz 1,0 g. Ja klāt ir amonjaks, pievieno dažus vārķermeņus, liek vārglāzi vakuumeksikatorā, pievieno ūdensstrūklas sūkni, līdz amonjaka smarža vairs nav konstatējama (apmēram trīs stundas).

Pievieno 100 ml izopropanola, izšķīdina vai iemaisa atlikumu un, titrējot ar 0,1 N sālsskābes šķīdumu (5.2.1.3. iedaļa), reģistrē pH izmaiņas (5.2.2.2. iedaļa).

5.2.4. *Aprēķins*

Tāpat kā norādīts 5.1.4. iedaļā. Pirmais lēciena punkts ir apmēram pH 9 līmenī.

5.3. **Atkārtojamība** [1]

Ja nātrija vai kālija hidroksīda saturs nātrija hidroksīda izteiksmē ir 5 % m/m, tad no viena parauga divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,25 % vērtību.

[1] Skat. ISO/DIS 5725.

IV. SKĀBEŅSKĀBES UN TĀS SĀRMU METĀLU SĀĻU KVANTITATĪVA UN KVALITATĪVA NOTEIKŠANA MATU KOPŠANAS LĪDZEKĻOS

1. PIEMĒROŠANAS JOMA UN NOZARE

Turpmāk aprakstītā metode ir piemērota skābeņskābes un tās sārmu metālu sāļu kvantitatīvai un kvalitatīvai noteikšanai matu kopšanas līdzekļos. To var izmantot bezkrāsainiem ūdens/spirta šķīdumiem un losjoniem, kas satur aptuveni 5 % skābeņskābes vai līdzvērtīgu daudzumu sārmu metālu oksalāta.

2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi kvantitatīvi noteikto skābeņskābes un/vai tās sārmu metālu sāļu saturu izsaka parauga brīvās skābeņskābes masas procentos (m/m).

3. PRINCIPS

Pēc visu to virsmas aktīvo anjonu aģentu atdalīšanas, kuri ir kopā ar *p*-toluidīna hidrohlorīdu, skābeņskābe un/vai oksalāti nogulsnējas kā kalcija oksalāts, pēc tam šķīdumu izfiltrē. Nogulsnes izšķīdina sērskābē un titrē ar kālija permanganātu.

4. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

4.1. Amonija acetāta šķīdums, 5 % ($^{m}/_{m}$)

4.2. Kalcija hlorīda šķīdums, 10 % ($^{m}/_{m}$)

4.3. Etanols, 95 % (V/V)

4.4. Tetrahlorogleklis

4.5. Dietilēteris

4.6. *p*-toluidīna dihidrohlorīda šķīdums, 6,8 % ($^{m}/_{m}$)

4.7. 0,1 N kālija permanganāta šķīdums

4.8. Sērskābe, 20 % ($^{m}/_{m}$)

4.9. Sālsskābe, 10 % ($^{m}/_{m}$)

4.10. Nātrija acetāta trihidrāts

4.11. Ledus etiķskābe

4.12. Sērskābe (1:1)

4.13. Piesātināts bārija hidroksīda šķīdums

5. IEKĀRTA

5.1. Dalāmās piltuves, 500 ml

5.2. Vārglāzes, 50 ml un 600 ml

5.3. Stikla filtrtīģelis, G-4

5.4. Mērcilindri, 25 ml un 100 ml

5.5. Pipetes, 10 ml

5.6. Bunzena kolbas, 500 ml

5.7. Ūdensstrūklas sūknis

5.8. Termometrs ar iedaļām no 0 līdz 100 °C

5.9. Magnētiskais maisītājs ar sildelementu

5.10. Magnētiskie stienīši ar teflona pārklājumu

5.11. Birete, 25 ml

5.12. Koniskās kolbas, 250 ml

6. PROCEDŪRA

6.1. Iesver 6 līdz 7 g parauga 50 ml vārglāzē, ar atšķaidītu sālsskābi (4.9. iedaļa) noregulē pH uz 3 un ar 100 ml destilēta ūdens ieskalo dalāmajā piltuvē. Pēc kārtas pievieno 25 ml etanola (4.3. iedaļa), 25 ml *p*-toluidīna dihidrohlorīda šķīduma (4.6. iedaļa) un 25 līdz 30 ml oglekļa tetrahlorīda (4.4. iedaļa) un maisījumu spēcīgi sakrata.

6.2. Kad fāzes ir atdalītas, atdala apakšējo (organisko) fāzi, atkārto ekstrakciju ar 6.1. iedaļā minētajiem reaģentiem un atkal atdala organisko fāzi.

6.3. Ūdens šķīdumu ieskalo 600 ml vārglāzē un, vārot šķīdumu, atdala visu oglekļa tetrahlorīdu, kas vēl nav atdalīts.

6.4. Pievieno 50 ml amonija acetāta šķīduma (4.1. iedaļa), karsē šķīdumu līdz viršanai (5.9. iedaļa) un verdošajā šķīdumā iemaisa 10 ml karsta kalcija hlorīda šķīduma (4.2. iedaļa); ļauj nogulsnēties nogulsnēm.

6.5. Pievienojot dažus pilienus kalcija hlorīda šķīduma (4.2. iedaļa), pārbauda, vai nogulsnēšanās ir pilnīga, ļauj atdzist līdz istabas temperatūrai, tad iemaisa 200 ml etanola (4.3. iedaļa; 5.10. iedaļa) atstāj uz 30 minūtēm.

6.6. Izfiltrē šķidrumu caur stikla filtrtīģeli (5.3. iedaļa), ar nelielu daudzumu karsta ūdens (50 līdz 60 °C) nogulsnes pārnes uz filtrtīģeli un mazgā ar aukstu ūdeni.

6.7. Nogulsnes piecas reizes mazgā ar mazu daudzumu etanola (4.3. iedaļa) un pēc tam piecas reizes ar mazu daudzumu dietilētera (4.5. iedaļa), un izšķīdina nogulsnes 50 mililitros karstas sērskābes (4.8. iedaļa), sērskābi pazeminātā spiedienā izfiltrējot caur filtrtīģeli.

6.8. Šķīdumu bez zudumiem pārnes uz konisko kolbu (5.11. iedaļa) un titrē ar kālija permanganāta šķīdumu (4.7. iedaļa), līdz redzams gaiši rozā.

7. APRĒĶINS

Masas procentos izteiktu skābeņskābes saturu paraugā aprēķina pēc formulas

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

kur:

A ir 0,1 N kālija permanganāta patēriņš, ko mēra saskaņā ar 6.8. iedaļu;

E ir analizējamā parauga daudzums gramos (6.1. iedaļa);

4,50179 ir skābeņskābes pārvēršanas koeficients.

8. ATKĀRTOJAMĪBA ([1])

Ja skābeņskābes saturs ir aptuveni 5 %, tad no viena parauga divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,15 % vērtību.

9. KVALITATĪVĀ NOTEIKŠANA

9.1. **Princips**

Skābeņskābe un/vai oksalāti nogulsnējas kā kalcija oksalāts un šķīst sērskābē. Šķīdumam pievieno mazliet kālija permanganāta šķīduma, kas kļūst bezkrāsains un izraisa oglekļa dioksīda veidošanos. Minēto oglekļa dioksīdu laižot caur bārija hidroksīda šķīdumu, veidojas baltas bārija karbonāta nogulsnes (duļķes).

9.2. **Procedūra**

9.2.1. Analizējamo parauga daudzumu apstrādā, kā aprakstīts 6.1. līdz 6.3. iedaļā; tādējādi atdala visus klāt esošos mazgāšanas līdzekļus.

9.2.2. Aptuveni 10 mililitriem šķīduma, kas iegūts saskaņā ar 9.2.1. iedaļu, pievieno lāpstiņas galu nātrija acetāta (4.10. iedaļa), un šķīdumu skābina ar dažiem pilieniem ledus etiķskābes (4.11. iedaļa).

9.2.3. Pievieno 10 % kalcija hlorīda šķīduma (4.2. iedaļa) un izfiltrē. Kalcija oksalāta nogulsnes izšķīdina 2 mililitros sērskābes (1:1) (4.12. iedaļa).

9.2.4. Šķīdumu pārnes uz mēģeni un pa pilienam pievieno aptuveni 0,5 ml 0,1 N kālija permanganāta šķīduma (4.7. iedaļa). Ja šķīdumā ir oksalāts, tad šķīdums zaudē krāsu - sākumā pamazām, pēc tam strauji.

9.2.5. Tūlīt pēc tam, kad pievienots kālija permanganāts, mēģeni aiztaisa ar aizbāzni, kurā ir piemērota stikla caurule, mazliet pasilda mēģenes saturu un savāc izveidojušos oglekļa dioksīdu piesātinātā bārija hidroksīda šķīdumā (4.13. iedaļa). Ja pēc trim līdz piecām minūtēm redzamas baltas bārija karbonāta duļķes, tad šķīdumā ir skābeņskābe.

([1]) Skat. ISO/DIS 5725.

V. **HLOROFORMA KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA ZOBU PASTĀ**

1. PIEMĒROŠANAS JOMA UN NOZARE

Šo metodi izmanto, lai gāzu hromatogrāfijā kvantitatīvi noteiktu hloroformu zobu pastā. Šī metode ir piemērota hloroforma kvantitatīvai noteikšanai, ja tā līmenis ir 5 % vai mazāks.

2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi kvantitatīvi noteikto hloroforma saturu izsaka kosmētikas līdzekļa masas procentos.

3. PRINCIPS

Zobu pastu suspendē dimetilformamīda un metanola maisījumā, kam pievieno zināmu daudzumu acetonitrila, kurš ir iekšējais standarts. Pēc centrifugēšanas daļu šķidrās fāzes ņem gāzu hromatogrāfijai un aprēķina hloroforma saturu.

4. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

4.1. *Porapak Q*, *Chromosorb 101* vai līdzvērtīgs ar daļiņu izmēru no 80 līdz 100

4.2. Acetonitrils

4.3. Hloroforms

4.4. Dimetilformamīds

4.5. Metanols

4.6. Iekšējais standartšķīdums

Ar pipeti 50 ml standarta kolbā iepilina 5 ml dimetilformamīda (4.4. iedaļa) un pievieno aptuveni 300 mg (M mg) precīzi nosvērta acetonitrila. Uzpilda līdz zīmei ar dimetilformamīdu un samaisa.

4.7. Šķīdums, kas vajadzīgs, lai noteiktu relatīvo signāla attiecību pret masas vienību. Ar pipeti 10 ml standarta kolbā iepilina 5 ml iekšējā standartšķīduma (4.6. iedaļa) un pievieno aptuveni 300 mg (M_1 mg) precīzi nosvērta hloroforma. Uzpilda līdz zīmei ar dimetilformamīdu un samaisa.

5. IEKĀRTA UN APRĪKOJUMS

5.1. Analītiskie svari

5.2. Gāzu hromatogrāfs ar liesmas jonizācijas detektoru

5.3. Mikrošļirce ar ietilpību no 5 līdz 10 µl un 0,1 µl iedaļām

5.4. Mērpipetes ar 1, 4 un 5 ml ietilpību

5.5. Mērkolbas, 10 un 50 ml

5.6. Mēģenes, apmēram 20 ml, ar skrūvējamiem vāciņiem, *Sovirel France* nr. 20 vai līdzvērtīgas. Skrūvējamā vāciņa iekšpusē ir blīvējoša plāksnīte, kas no vienas puses pārklāta ar teflonu.

5.7. Centrifūga.

6. PROCEDŪRA

6.1. **Piemēroti apstākļi gāzu hromatogrāfijas veikšanai**

6.1.1. Kolonnas materiāls: stikls

garums: 150 cm

iekšējais diametrs: 4 mm

ārējais diametrs: 6 mm.

6.1.2. Kolonnu pilda, izmantojot vibratoru, ar *Porapak Q*, *Chromosorb 101* vai līdzvērtīgu materiālu, kura daļiņu izmēri ir no 80 līdz 100 (4.1. iedaļa).

6.1.3. Liesmu jonizācijas detektora jutību noregulē tā, lai, ievadot 3 µl šķīduma (4.7. iedaļa), acetonitrila pīķa augstums būtu aptuveni trīs ceturtdaļas no pilnas novirzes.

6.1.4. *Gāzes:*

Nesējgāze, slāpeklis, plūsmas ātrums 65 ml/min.

Gāzu pieplūdi detektoram noregulē tā, lai gaisa vai skābekļa plūsma no piecām līdz 10 reizēm pārsniegtu ūdeņraža plūsmu.

6.1.5. *Temperatūra:*

inžektorā	210 °C
detektorā	210 °C
kolonnas termostatā	175 °C.

6.1.6. *Pašrakstītāja ātrums:*

aptuveni 100 cm stundā.

6.2. **Parauga sagatavošana**

Analizējamo paraugu ņem no neatvērtas tūbiņas. Noņem vienu trešo daļu no satura, tūbiņai uzskrūvē atpakaļ vāciņu, rūpīgi sajauc tūbiņā un tad paņem analizējamo daudzumu.

6.3. **Kvantitatīva noteikšana**

6.3.1. Aizskrūvējamā mēģenē (5.6. iedaļa) līdz tuvākajiem 10 mg iesver 6 līdz 7 g (Mo g) zobu pastas, kas apstrādāta saskaņā ar 6.2. iedaļu, un pievieno trīs mazas stikla lodītes.

6.3.2. Ar pipeti mēģenē iepilina tieši 5 ml iekšējā standartšķīduma (4.6. iedaļa), 4 ml dimetilformamīda (4.4. iedaļa) un 1 ml metanola (4.5. iedaļa), aizskrūvē mēģeni un sajauc.

6.3.3. Krata pusstundu ar mehānisko kratītāju un aizskrūvēto mēģeni centrifugē 15 minūtes tādā ātrumā, lai fāzes pilnīgi atdalītos.

*Piezīme:*dažreiz šķidrā fāze paliek duļķaina arī pēc centrifugēšanas. To var mazliet labot, šķidrajai fāzei pievienojot 1 līdz 2 g nātrija hlorīda, ļaujot nogulsnēties un vēlreiz centrifugējot.

6.3.4. Apstākļos, kas aprakstīti 6.1. iedaļā, ievada 3 µl minētā šķīduma (6.3.3. iedaļa). Atkārto minēto darbību. Ar iepriekš aprakstītajiem nosacījumiem izdalīšanas laiku var izteikt ar šādām orientējošām vērtībām:

metanols	apmēram viena minūte
acetonitrils	apmēram 2,5 minūtes
hloroforms	apmēram sešas minūtes
dimetilformamīds	> 15 minūtes

6.3.5. *Relatīvā signāla attiecības pret masas vienību noteikšana*

Lai noteiktu relatīvo signāla attiecību pret masas vienību, ievada 3 µl šķīduma (4.7. iedaļa). Atkārto šo darbību. Relatīvo signāla attiecību pret masas vienību noteic katru dienu.

7. APRĒĶINI

7.1. **Relatīvā signāla attiecības pret masas vienību aprēķināšana**

7.1.1. Izmēra acetonitrila un hloroforma pīķu augstumu un platumu pīķu pusaugstumā, un aprēķina abu pīķu laukumu pēc formulas: augstums × platums pusaugstumā.

7.1.2. Noteic acetonitrila un hloroforma pīķu laukumu hromatogrammās, kas iegūtas saskaņā ar 6.3.5. iedaļu, un aprēķina relatīvo signāla attiecību f_s pēc šādas formulas:

$$f_s = \frac{\text{As. Mi}}{\text{Ms. Ai}} = \frac{\text{As. } {}^{1}/_{10}\ \text{M}}{\text{Ai. } M_1},$$

kur:

f_s = hloroforma relatīvā signāla attiecība pret masas vienību;

A_s = hloroforma pīķa laukums (6.3.5. iedaļa);

A_1 = acetonitrila pīķa laukums (6.3.5. iedaļa);

M_s = hloroforma daudzums miligramos 10 mililitros šķīduma, kas norādīts 6.3.5. iedaļā (= M_1);

M_i = acetonitrila daudzums miligramos 10 mililitros šķīduma, kas norādīts 6.3.5. iedaļā (= 1/10 M).

Aprēķina iegūto rādījumu vidējo.

7.2.2. **Hloroforma satura aprēķināšana**

7.2.1. Saskaņā ar 7.1.1. iedaļu aprēķina hloroforma un acetonitrila pīķu laukumu hromatogrammās, kas iegūtas saskaņā ar 6.3.4. iedaļā aprakstīto procedūru.

7.2.2. Hloroforma saturu zobu pastā aprēķina pēc šādas formulas:

$$\% X = \frac{As.\ Mi}{f_s.\ M_{sx}.\ Ai} \cdot 100\,\% = \frac{As.\ M}{f_s.\ Ai.\ M_o.\ 100},$$

kur:

% X = hloroforma saturs zobu pastā, kas izteikts masas procentos;

A_s = hloroforma pīķa laukums (6.3.4. iedaļa);

A_i = acetonitrila pīķa laukums (6.3.4. iedaļa);

M_{sx} = 6.3.1. iedaļā norādītā parauga masa mg (= 1000 Mo);

M_i = acetonitrila daudzums miligramos 10 mililitros šķīduma, kas iegūts saskaņā ar 6.3.2. iedaļu (1/10 M).

Aprēķina noteikto līmeņu vidējo un rezultātu izsaka ar 0,1 % precizitāti.

8. ATKĀRTOJAMĪBA ([1])

Ja hloroforma saturs ir aptuveni 3 %, tad no viena parauga divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,3 % vērtību.

VI. **CINKA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA**

1. PIEMĒROŠANAS JOMA UN NOZARE

Šī metode ir piemērota hlorīda, sulfāta vai 4-hidroksibenzolsulfonāta vai vairāku minēto cinka sāļu formā esoša cinka kvantitatīvajai noteikšanai kosmētikas līdzekļos.

2. NOTEIKŠANA

Cinka saturu paraugā *bis*(2-metil-8-hinolīnoksīda) formā kvantitatīvi noteic gravimetriski un izsaka cinka masas procentos paraugā.

3. PRINCIPS

Šķīdumā esošais cinks skābā vidē nogulsnējas cinka *bis*(2-metil-8-hinolīnoksīda) formā. Pēc filtrēšanas nogulsnes izžāvē un nosver.

4. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

4.1. Koncentrēts amonjaks, 25 % (m/m); $d\ \frac{20}{4} = 0 \cdot 91$

4.2. Ledus etiķskābe

4.3. Amonija acetāts

4.4. 2-metilhinolīn-8-ols

4.5. Amonjaka šķīdums, 6 % (m/v)

Pārnes 240 g koncentrēta amonjaka (4.1. iedaļa) uz 1000 ml mērkolbu, uzpilda līdz zīmei ar destilētu ūdeni un samaisa.

4.6. 0,2 M amonija acetāta šķīdums

Izšķīdina 15,4 g amonija acetāta (4.3. iedaļa) destilētā ūdenī, uzpilda līdz zīmei 1000 ml mērkolbā un samaisa.

4.7. 2-metilhinolīn-8-ola šķīdums

Izšķīdina 5 g 2-metilhinolīn-8-ola 12 ml ledus etiķskābes un ar destilētu ūdeni pārnes uz 100 ml mērkolbu. Uzpilda ar destilētu ūdeni līdz zīmei un samaisa.

5. IEKĀRTA UN APRĪKOJUMS

5.1. Mērkolbas, 100 un 1000 ml

5.2. Vārglāzes, 400 ml

5.3. Mērcilindri, 50 un 150 ml

5.4. Mērpipetes, 10 ml

([1]) Skat. ISO/DIS 5725.

5.5. Stikla filtrtīģeļi G-4

5.6. Bunzena kolbas, 500 ml

5.7. Ūdensstrūklas sūknis

5.8. Termometrs ar iedaļām no 0 līdz 100 °C

5.9. Eksikators ar piemērotu žāvētāju un mitruma indikatoru, piemēram, silikagelu vai līdzvērtīgu

5.10. Žāvējamais skapis, kas noregulēts uz 150 ± 2 °C temperatūru

5.11. pH metrs

5.12. Plītiņa.

6. PROCEDŪRA

6.1. Iesver 400 ml vārglāzē 5 līdz 10 g (M gramus) analizējamā parauga, kas satur apmēram 50 līdz 100 mg cinka, pievieno 50 ml destilēta ūdens un samaisa.

6.2. Uz katriem 10 mg cinka, kas ir šķīdumā (6.1. iedaļa), pievieno 2 ml 2-metilhinolīn-8-ola šķīduma (4.7. iedaļa) un samaisa.

6.3. Šķīdumu atšķaida ar 150 ml destilēta ūdens, uzsilda līdz 60 °C (5.12. iedaļa) un, nepārtraukti maisot, pievieno 45 ml 0,2M amonija acetāta šķīduma (4.6. iedaļa).

6.4. Nepārtraukti maisot, ar 6 % amonjaka šķīdumu (4.5. iedaļa) šķīduma pH noregulē intervālā no 5,7 līdz 5,9; šķīduma pH mēra ar pH metru.

6.5. Šķīdumam 30 minūtes ļauj nostāties. Ar ūdensstrūklas sūkni izfiltrē caur G-4 filtrtīģeli, kas iepriekš izžāvēts (150 °C) un pēc atdzišanas nosvērts (M_0 grami), un mazgā nogulsnes ar 150 ml destilēta ūdens 95 °C temperatūrā.

6.6. Tīģeli liek žāvējamā skapī 150 °C un žāvē vienu stundu.

6.7. Izņem tīģeli no žāvējamā skapja, liek eksikatorā (5.9. iedaļa) un, kad tas ir atdzisis līdz istabas temperatūrai, noteic tā masu (M_1 grami).

7. APRĒĶINS

Parauga cinka saturu masas procentos (% m/m) aprēķina pēc šādas formulas:

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

kur:

M = saskaņā ar 6.1. iedaļu ņemtā parauga masa gramos;

M_0 = tukšā un sausā filtrtīģeļa (6.5. iedaļa) masa gramos;

M_1 = filtrtīģeļa un nogulšņu masa gramos (6.7. iedaļa).

8. ATKĀRTOJAMĪBA ([1])

No viena parauga ar aptuveni 1 % (m/m) cinka saturu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,1 % vērtību.

VII. **4-HIDROKSIBENZOLSULFOSKĀBES KVANTITATĪVA UN KVALITATĪVA NOTEIKŠANA**

1. PIEMĒROŠANAS JOMA UN NOZARE

Šī metode ir piemērota 4-hidroksibenzolsulfoskābes kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai tādos kosmētikas līdzekļos kā aerosoli un sejas losjoni.

2. NOTEIKŠANA

Ar šo metodi kvantitatīvi noteikto 4-hidroksibenzolsulfoskābes saturu izsaka cinka 4-hidroksibenzolsulfonāta masas procentos kosmētikas līdzeklī.

([1]) ISO/DIS 5725.

3. PRINCIPS

Analizējamo daudzumu koncentrē pazeminātā spiedienā, šķīdina ūdenī un attīra, ekstrahējot ar hloroformu. Filtrēta ūdens šķīduma alikvotās daļas jodometrijā kvantitatīvi noteic 4-hidroksibenzolsulfoskābi.

4. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt ar analītisku kvalitāti.

4.1. Koncentrēta sālsskābe, 36 % (m/m); $\left(\mathrm{d}\ \frac{20}{4} = 1{,}18\right)$

4.2. Hloroforms

4.3. Butān-1-ols

4.4. Ledus etiķskābe

4.5. Kālija jodīds

4.6. Kālija bromīds

4.7. Nātrija karbonāts

4.8. Sulfanilskābe

4.9. Nātrija nitrāts

4.10. 0,1 n kālija bromāts

4.11. 0,1 n nātrija tiosulfāta šķīdums

4.12. Cietes šķīdums ūdenī, 1 % (m/v)

4.13. Nātrija karbonāta ūdens šķīdums, 2 % (m/v)

4.14. Nātrija nitrīta ūdens šķīdums, 4,5 % (m/v)

4.15. Ditizona šķīdums hloroformā, 0,05 % (m/v)

4.16. Attīstīšanas šķīdinātājs: butān-1-ols/ledus etiķskābe/ūdens (tilpumu attiecībā 4:1:5); samaisa dalāmajā piltuvē, tad izlej apakšējo fāzi.

4.17. Pauli reaģents.

Karsējot izšķīdina 4,5 g sulfanilskābes (4.8. iedaļa) 45 ml koncentrētas sālsskābes (4.1. iedaļa) un šķīdumu atšķaida ar ūdeni līdz 500 ml. Traukā ar ledus ūdeni atdzesē 10 ml šķīduma un maisot pievieno 10 ml auksta nātrija nitrīta šķīduma (4.14. iedaļa). Ļauj šķīdumam nostāties 15 minūtes 0 °C (šajā temperatūrā šķīdums ir stabils no vienas dienas līdz trijām dienām) un tieši pirms izsmidzināšanas (7.5. iedaļa) pievieno 20 ml nātrija karbonāta šķīduma (4.13. iedaļa).

4.18. Gatavas ar celulozi pārklātas plāksnes plānslāņa hromatogrāfijai; izmēri: 20 × 20 cm, adsorbenta slāņa biezums: 0,25 mm;

5. IEKĀRTA UN APRĪKOJUMS

5.1. Apaļkolbas ar slīpēta stikla aizbāzni, 100 ml

5.2. Dalāmā piltuve, 100 ml

5.3. Koniskā kolba ar slīpēta stikla aizbāzni, 250 ml

5.4. Birete, 25 ml

5.5. Mērpipetes, 1, 2 un 10 ml

5.6. Mērpipete, 5 ml

5.7. Mikrošļirce, 10 µl ar 0,1 µl iedalām

5.8. Termometrs ar iedaļām no 0 līdz 100 °C

5.9. Ūdens vanna ar sildelementu

5.10. Labi vēdināms žāvējamais skapis, kas noregulēts uz 80 °C temperatūru

5.11. Standarta iekārta plānslāņa hromatogrāfijai.

6. PARAUGU SAGATAVOŠANA

Pēc še turpmāk aprakstītās metodes hidroksibenzolsulfoskābes kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai aerosolos izmanto atlikumu, ko iegūst, no aerosola trauka izlaižot šķīdinātājus un propelentus, kuri normālā spiedienā iztvaiko.

7. KVALITATĪVĀ NOTEIKŠANA

7.1. Ar mikrošļirci (5.7. iedaļa) liek 5 µl atlikuma (6. iedaļa) vai parauga sešos punktos uz starta līnijas 1 cm no plānslāņa plāksnes (4.18. iedaļa) apakšējās malas.

7.2. Liek plāksni attīstīšanas kamerā, kur jau ir attīstīšanas šķīdinātājs (4.16. iedaļa), un attīsta, līdz šķīdinātāja fronte ir 15 cm no starta līnijas.

7.3. Izņem plāksni no vannas un žāvē 80° C, līdz vairs nav konstatējams etiķskābes tvaiks. Apsmidzina plāksni ar nātrija karbonāta šķīdumu (4.13. iedaļa) un žāvē gaisā.

7.4. Pusi plāksnes pārsedz ar stiklu un nepārsegto daļu apsmidzina ar 0,05 % ditizona šķīdumu (4.15. iedaļa).Purpursarkanu plankumu veidošanās hromatogrammā liecina par cinka jonu klātbūtni.

7.5. Apsmidzināto plāksnes pusi pārsedz ar stiklu un otru pusi apsmidzina ar Pauli reaģentu (4.17. iedaļa). Hromatogrammā par 4-hidroksibenzolsulfoskābes klātbūtni liecina dzeltenbrūns plankums ar aptuvenu R_f vērtību 0,26, savukārt par 3-hidroksibenzolsulfoskābes klātbūtni liecina dzeltens plankums ar aptuvenu R_f vērtību 0,45.

8. KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

8.1. Iesver 10 g parauga vai atlikuma (6. iedaļa) 100 ml apaļkolbā un ar rotācijas ietvaicētāju vakuumā ietvaicē gandrīz sausu virs ūdens vannas, kurā uztur 40°C.

8.2. Ar pipeti kolbā iepilina 10,0 ml (V_1 ml) ūdens un karsējot izšķīdina ietvaicēšanas atlikumu (8.1. iedaļa).

8.3. Kvantitatīvi pārnes šķīdumu uz dalāmo piltuvi (5.2. iedaļa) un divas reizes ekstrahē ūdens šķīdumu ar 20 ml hloroforma devu (4.2. iedaļa). Pēc katras ekstrakcijas izlej hloroforma fāzi.

8.4. Izfiltrē ūdens šķīdumu caur kroku filtru. Atkarībā no prognozējamā hidroksibenzolsulfoskābes satura ar pipeti iepilina 1,0 vai 2,0 ml (V_2) filtrāta 250 ml koniskajā kolbā (5.3. iedaļa) un atšķaida ar ūdeni līdz 75 ml.

8.5. Pievieno 2,5 ml 36 % sālsskābes (4.1. iedaļa) un 2,5 g kālija bromīda (4.6. iedaļa), samaisa un ūdens vannā uzsilda līdz 50°C.

8.6. No biretes pievieno 0,1 n kālija bromāta (4.10. iedaļa), līdz šķīdums, kurš vēl ir 50°C temperatūrā, kļūst dzeltens.

8.7. Pievieno vēl 3,0 ml kālija bromāta šķīduma (4.10. iedaļa), aizbāž kolbu un ļauj 10 minūtes nostāties ūdens vannā.

Ja pēc 10 minūtēm šķīdums zaudē krāsu, pievieno vēl 2,0 ml kālija bromāta šķīduma (4.10. iedaļa), aizbāž kolbu un 10 minūtes karsē virs ūdens vannas, kurā uztur 50° C. Reģistrē kopējo pievienotā kālija bromāta šķīduma daudzumu (a).

8.8. Atdzesē šķīdumu līdz istabas temperatūrai, pievieno 2 g kālija jodīda (4.5. iedaļa) un samaisa.

8.9. Radušos jodu titrē ar 0,1 n nātrija tiosulfāta šķīdumu (4.11. iedaļa). Titrēšanas beigu posmā pievieno dažus pilienus cietes šķīduma (4.12. iedaļa), kas ir indikators. Reģistrē izlietotā nātrija tiosulfāta daudzumu (b).

9. APRĒĶINS

Aprēķina cinka hidroksibenzolsulfonāta saturu paraugā vai atlikumā (6. iedaļa) masas procentos (% m/m) pēc šādas formulas:

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

kur:

a = kopējais pievienotā 0,1 n kālija bromāta šķīduma (8.7. iedaļa) daudzums mililitros,

b = attitrēšanai izlietotā 0,1 n nātrija tiosulfāta (8.9. iedaļa) daudzums mililitros,

m = analizējamā kosmētikas līdzekļa vai atlikuma (8.1. iedaļa) daudzums mililitros,

V_1 = saskaņā ar 8.2. iedaļu iegūtā šķīduma tilpums mililitros,

V_2 = analīzei izlietotā izšķīdinātā ietvaicēšanas atlikuma (8.4.) tilpums mililitros.

Piezīme.Attiecībā uz aerosoliem mērījuma rezultātā jānorāda atlikums (6. iedaļa) % (m/m) no sākotnējā kosmētikas līdzekļa daudzuma. Šajā aprēķinā vadās pēc aerosolu paraugu ņemšanas noteikumiem.

10. ATKĀRTOJAMĪBA ([1])

No viena parauga, kas satur aptuveni 5 % (m/m) cinka hidroksibenzolsulfonāta, divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpībai nevajadzētu pārsniegt absolūtu 0,5 % vērtību.

11. REZULTĀTU INTERPRETĀCIJA

Saskaņā ar Padomes Direktīvu 76/768/EEK, kas attiecas uz kosmētikas līdzekļiem, cinka 4-hidroksibenzolsulfonāta maksimālā pieļaujamā koncentrācija sejas losjonos un dezodorantos ir 6 % (m/m). Šāds formulējums nozīmē, ka papildus hidroksibenzolsulfoskābes saturam jānoteic arī cinka saturs. Reizinot aprēķināto cinka hidroksibenzolsulfonāta saturu (9. iedaļa) ar koeficientu 0,1588, iegūst minimālo cinka saturu % (m/m), kādam, ņemot vērā noteikto hidroksibenzolsulfoskābes saturu, teorētiski jābūt kosmētikas līdzeklī. Cinka saturs, ko faktiski noteic gravimetriski (skat. attiecīgos noteikumus), tomēr var būt augstāks, jo kosmētikas līdzekļos var izmantot arī cinka hlorīdu un cinka sulfātu.

([1]) Skat. ISO/DIS 5725.