31980L1335

31.12.1980 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* L 383/27

L-EWWEL DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI

tat-22 ta' Diċembru 1980

dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li għandhom x'jaqsmu mal-metodi għall-analiżi neċessarji għall-iċċekkjar tal-kompożizzjoni ta' prodotti kosmetiċi

(80/1335/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

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

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 76/768/KEE tas-27 ta' Lulju 1976 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li għandhom x'jaqsmu mal-prodotti kosmetiċi [1], kif l-aħħar emendata bid-Direttiva tal-Kunsill 79/661/KEE [2], u b'mod partikolari bl-Artikolu 8(1) tagħha,

Billi d-Direttiva 76/768/KEE tipprovdi għat-testjar uffiċjali ta' prodotti kosmetiċi bil-għan li jkun assigurat li l-kondizzjonijiet preskritti skond id-disposizzjonijet tal-Komunità li jikkonċernaw il-kompożizzjoni tal-prodotti kosmetiċi jkunu sodisfatti;

Billi l-metodi neċessarji kollha ta' l-analiżi għandhom ikunu stabbiliti malajr kemm jista' jkun; billi l-preskrizzjoni ta' metodi għat-teħid ta' kampjuni, preparazzjoni tal-laboratorji, identifikazzjoni u determinazzjoni ta' sodju ħieles u idrossidi tal-potassju, l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' aċidu ossaliku u melħ alkalin fil-prodotti tal-kura tax-xagħar, id-determinazzjoni ta' kloroform fit-*toothpastes* u taż-żingu, u l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' aċidu fenolsulfoniku tikkostitwixxi l-ewwel pass f'din id-direzzjoni;

Billi l-miżuri stabbiliti fid-Direttiva preżenti huma skond l-opinjoni tal-Kumitat dwar l-adozzjoni tad-Direttiva 76/768/KEE għall-progress tekniku,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

L-Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jieħdu l-passi kollha neċessarji biex jassiguraw li, fl-ittestjar uffiċjali tal-prodotti kosmetiċi:

— it-teħid ta' kampjuni,

— il-preparazzjoni fil-laboratorju tal-kampjuni tat-test,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' idrossidi ħielsa ta' sodju u potassju,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' l-aċidu ossaliku u melħ alkalin fil-prodotti tal-kura tax-xagħar,

— id-determinazzjoni ta' kloroform fit-*toothpastes*,

— id-determinazzjoni ta' żingu,

— l-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' aċidu fenosulfoniku

huma magħmula skond il-metodi deskritti fl-Anness.

L-Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, ir-regolamenti jew id-dispożizzjonijiet amministrattivi meħtieġa għall-konformità ma' din id-Direttiva sa mhux iktar tard mill-31 ta' Diċembru 1982.

Huma għandhom mill-ewwel jinfurmaw lill-Kummissjoni b'dan.

L-Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fit-22 ta' Diċembru 1980.

Għall-Kummissjoni

Richard BURKE

Membru tal-Kummissjoni

[1] ĠU L 262, tas-27.9.1976, p. 169.
[2] ĠU L 192, tal-31.7.1979, p. 35.

L-ANNESS

I. **TEĦID TA' KAMPJUNI TA' PRODOTTI KOSMETIĊI**

1. L-GĦAN U L-QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-proċedura għat-teħid ta' kampjuni ta' prodotti kosmetiċi hi deskritta bil-ħsieb ta' l-analiżi tagħhom fid-diversi laboratorji.

2. DEFINIZZJONIJIET

2.1. *Kampjun bażiku:*

Unita meħuda minn lott offrut għall-bejgħ.

2.2. *Kampjun totali:*

is-somma tal-kampjuni bażiċi kollha li għandhom l-istess numru tal-lott.

2.3. *Kampjun ta' laboratorju:*

frazzjoni rappreżentattiva tal-kampjun totali li għandu jkun analizzat fil-laboratorji individwali.

2.4. *Porzjon tat-test:*

porzjon rappreżentattiv tal-kampjun tal-laboratorju li hu meħtieġ għal analiżi waħda.

2.5. *Kontenitur:*

l-artikolu li jkun fih il-prodott u li jkun f'kuntatt dirett miegħu.

3. PROĊEDURA DWAR TEĦID TA' KAMPJUNI

3.1. Kampjuni ta' prodotti kosmetiċi għandhom jittieħdu mil-kontenituri oriġinali tagħhom u jintbagħtu lil-laboratorju analitiku magħluqa.

3.2. Dwar prodotti kosmetiċi mqegħda fis-suq bl-ingrossa jew mibjugħa bl-imnut f'kontenitur differenti mill-pakkett tal-fabbrikant oriġinali, struzzjonijiet xierqa dwar it-teħid ta' kampjuni fil-post ta' l-użu jew tal-bejgħ għandhom jinħarġu.

3.3. In-numru ta' kampjuni bażiċi meħtieġa għall-preparazzjoni tal-kampjun tal-laboratorju għandu jkun determinat bil-metodu analitiku u n-numru ta' analiżi li għandhom isiru f'kull laboratorju.

4. IDENTIFIKAZZJONI TAL-KAMPJUN

4.1. Kampjuni għandhom ikunu kemm siġillati fejn jittieħdu kif ukoll identifikati, skond ir-regoli fis-seħħ fl-Istat Membru rilevanti.

4.2. Kull kampjun bażiku għandu jkun ittikkettjat bl-informazzjoni li ġejja:

— isem tal-prodott kosmetiku,

— data, ħin u post mnejn ittieħed il-kampjun,

— isem il-persuna responsabbli għat-teħid tal-kampjun,

— isem l-ispettorat.

4.3. Rapport dwar it-teħid tal-kampjuni għandu jsir skond ir-regoli fis-seħħ fl-Istat Membru rilevanti.

5. ĦAŻNA TAL-KAMPJUNI

5.1. Kampjuni bażiċi għandhom jinħażnu skond l-istruzzjonijiet tal-fabbrikant li jidhru fuq it-tikketta jekk ikun hemm.

5.2. Sakemm ma jkunux speċifikati kondizzjonijiet oħra, kampjuni tal-laboratorji għandhom jinħażnu fid-dlam f'temperatura ta' bejn 10 u 25 °C.

5.3. Kampjuni bażiċi m'għandhomx jinfetħu qabel l-analiżi tkun waslet biex tibda.

II. **PREPARAZZJONI TAL-LABORATORJU TAL-PORZJONIJIET TAT-TEST**

1. ĠENERALI

1.1. Fejn possibbli l-analiżi trid issir fuq kull lampjun bażiku. Jekk il-kampjun bażiku jkun żgħir wisq, in-numru minimu ta' kampjuni bażiċi għandu jkun użat. Huma għandhom l-ewwel ikunu mħallta flimkien sew qabel jittieħed il-porzjon tat-test.

1.2. Iftaħ il-kontenitur, taħt gass inert jekk hekk speċifikat fil-metodu analitiku u iġbed in-numru ta' porzjonijiet tat-test meħtieġa malajr kemm jista' jkun. L-analiżi għandha mbagħad tipproċedi bl-inqas dewmien possibbli. Jekk il-kampjun għandu jkun ippreservat il-kontenitur għandu jkun siġillat mill-ġdid b'gass inert.

1.3. Prodotti kosmetiċi jistgħu ikunu ppreparati f'forom likwidi jew solidi jew f'forom semi-solidi. Jekk tinstab separazzjoni ta' prodott inizjalment omoġenu din għandha terġa' tkun omoġenizzata qabel it-teħid tal-porzjon tat-test.

1.4. Jekk il-prodott kosmetiku jitqiegħed għall-bejgħ b'mod speċjali, u bħala riżultat ma jkunx jista' jiġi ttrattat skond dawn l-istruzzjonijet, u jekk l-ebda dispożizzjoni ma ssir għall-metodi rilevanti ta' l-eżami proċedura oriġinali tista' tkun adottata, basta din tkun imniżżla bil-miktub bħala parti mir-rapport ta' l-analiżi.

2. LIKWIDI

2.1. Dawn jistgħu ikunu f'forom ta' prodotti bħal soluzzjonijet fiż-żejt, fl-alkoħol, u fl-ilma, ilma mfewwaħ, lozjonijiet jew ħalib, u jistgħu ikunu ppakkjati fi flaskijiet, flixkien, ampolli jew tubi.

2.2. **Irtirar tal-porzjon tat-test:**

— ħawwad sew il-kontenitur qabel ma tiftħu,

— iftaħ il-kontenitur,

— ferragħ ftit millilitri tal-likwidu fit-tubu tat-test għal eżami viżwali tal-karattru tiegħu għall-iskop tat-teħid tal-porzjon tat-test,

— issiġilla mill-ġdid il-kontenitur, jew

— oħroġ il-porzjonijiet tat-test meħtieġa,

— issiġilla mill-ġdid il-kontenitur b'attenzjoni.

3. SEMI-SOLIDI

3.1. Dawn jistgħu ikunu f'forom ta' prodotti bħal għaġin, krema, emulsjonijiet iebsin u ġell u jistgħu ikunu ppakjati f'tubi, flixkien tal-plastik jew ġarar.

3.2. **Irtirar tal-porzjon ta' test, jew:**

3.2.1. kontenituri b'għonq dejjaq. Neħħi għall-inqas l-ewwel ċentimetru tal-prodott. Oħroġ il-porzjon tat-test u erġa' għalaq il-kontenitur immedjatament.

3.2.2. kontenituri b'għonq wiesa'. Obrox għal-lixx il-wiċċ biex tneħħi s-saff ta' fuq. Oħroġ il-porzjon tat-test u erġa' agħlaq il-kontenitur immedjatament.

4. SOLIDI

4.1. Dawn jistgħu jitfaċċaw fil-forma ta' prodotti bħal trabijiet ħielsa, trabijiet kompatti, stikek u jistgħu ikunu ippakkjati f'varjetà kbira ta' kontenituri.

4.2. Irtirar tal-porzjon tat-test, jew:

4.2.1. trab sfuż - ħawwad sew qabel tneħħi t-tapp jew tiftaħ. Iftaħ u neħħi l-porzjon tat-test.

4.2.2. Trab kompatt jew stikka - neħħi s-saff tal-wiċċ billi tobrox għal-lixx. Neħħi l-porzjoni tat-test minn taħt.

5. PRODOTTI F'PAKKETTI BI PRESSJONI KONTROLLATA ("*aerosol dispensers*")

5.1. Dawn il-prodotti huma mfissra fl-Artikolu 2 tad-Direttiva tal-Kunsill 75/324/KEE ta' l-20 ta' Mejju 1975 [1].

5.2. **Porzjon tat-test:**

Wara taħwid vigoruż, kwantità rappreżentattiva tal-kontenuti ta' l-*aerosol dispenser* tiġi trasferita permezz ta' ta' konnettur addattat (ara per eżempju l-Figura 1: f'każijiet speċifiċi il-metodu analitiku jista' jeħtieġ l-użu ta' konnetturi oħra) fi flixkun tal-ħġieġ miksi bil-plastik (Il-figura 4) li jkollu miegħu valv ta' l-*aerosol* imma li ma jkollux dip tube. Matul it-trasferiment il-flixkun ikun miżmum bil-valv l-isfel. Dan it-trasferiment jirrendi l-kontenuti viżibbli ċari li jikkorrispondu għal wieħed mill-erba' każijiet li ġejjin.

[1] ĠU L 147, tad-9.6.1975, p. 40.

5.2.1. Prodott ta' l-*aerosol* f'forma ta' soluzzjoni omoġena għal analiżi diretta.

5.2.2. Prodott ta' l-*aerosol* li jikkonsisti f'żewġ fażijiet likwidi. Kull fażi tista' tkun analizzata wara li l-fażi ta' taħt tkun ġiet isseparata għat-tieni flixkun ta' trasferiment. F'dan il-każ l-ewwel flixkun tat-trasferiment jinżamm bil-valv l-isfel. F'każ bħal dan din il-fażi t'isfel tkun ta' spiss bl-ilma u nieqsa minn propellant (e.g. formolazzjoni ta' butan/ilma)

5.2.3. Prodott *aerosol* li jkollu xi trab f'sospensjoni. Il-fażi likwida tista' tkun analizzata wara t-tneħħija tat-trab.

5.2.4. Prodott bir-raġħwa jew krema. L-ewwel iżen sew fil-flixkun ta' trasferiment 5 sa 10 g ta' 2-methoxyethanol. Din is-sustanza ma tħallix raġħwa tifforma matul l-ewwel operazzjoni tat-tneħħija tal-gass u mbagħad ikun possibbli li tneħħi l-gassijiet propellanti bla telfien ta' likwidu.

5.3. **Aċċessorji**

Il-konnettur (Il-figura 1) ikun tad-duralumin jew tar-ram. Huwa mfassal biex jitwaħħal f'sistemi ta' valvijiet differenti permezz ta' adaptor tal-polietilina. Hu mogħti bħala eżempju: konnetturi oħrajn jistgħu jintużaw. (Ara l-figuri 2 u 3).

Il-flixkun tat-trasferiment (Il-figura 4) ikun magħmul minn ħġieġ abjad miksi minn barra b'saff protettiv ta' materjal tal-plastik trasparenti. Dan jesa' minn 50 sa 100 ml. Jitwaġġal ġo fih valv ta' l- *aerosol* mingħajr *dip tube*.

5.4. **Metodu**

Biex jista' jkun trasferit biżżejjed mill-kampjun, il-flixkun tat-trasferiment irid ikun tneħħietlu l-arja. Għal dan il-għan, daħħal mill-konnetur madwar 10 ml ta' dichlorodifluoromethane jew butan (jiddependi mill-prodott *aerosol* li għandu jkun eżaminat) u mbagħad neħħi l-gass kompletament sakemm il-fażi likwida tisparixxi, waqt li żżomm il-flixkun tat-trasferiment bil-valv 'il fuq. Neħħi l-konnettur. Iżen il-flixkun tat-trasferiment ("a" grammi). Ħawwad sew id-*dispenser* ta' l-*aerosol* li minnu jrid jittieħed il-kampjun. Waħħal il-konnettur mal-valv fuq il-kontenitur tal-kampjun ta' l-*aerosol* (valv 'il fuq), daħħal f'postu l-flask tat-trasferiment (għonq 'l isfel) mal-konnettur u agħfas. Imla l-flixkun tat-trasferiment sa żewġ terzi tiegħu. Jekk it-trasferiment jieqaf qabel il-ħin minħabba ugwalizzazzjoni ta' pressa, dan jista' jitkompla bit-tkessiħ tal-flixkun tat-trasferiment. Neħħi l-konnettur, iżen il-flixkun mimli ("b" grammi) u iddetermina l-piż tal-kampjun ta' l-*aerosol* trasferit, m_1 (m_1 = b - a).

Il-kampjun hekk miksub jista' jkun użat:

1. għal analiżi kimika normali;

2. għal analiżi tal- kostitwenti volatili bi kromatografija tal-gass.

5.4.1. *Analiżi kimika*

Waqt li żżomm il-valv tal-flixkun tat-trasferiment 'il fuq, ipproċedi kif ġej:

— neħħi l-gass. Jekk l-operazzjoni tat-tneħħija tal-gass toħloq xi raġħwa, uża flixkun tat-trasferiment li qabel kienet introdotta fih kwantità (minn 5 sa 10 g) miżuna eżatta ta' 2-methoxyethanol permezz ta' siringa mill-konnettur,

— temm it-tneħħija tal-kostitwenti volatili mingħajr telf billi tħawwad f'banju ilma miżmum f'temperatura ta 40 °C. Aqla' il-konnettur.

— erġa' iżen il-flixkun tat-trasferiment ("c" grammi) biex tiddetermina l-piż tal-fdal, m_2 (m_2 = c - a).

(*NB:Meta tikkalkola l-piż tal-fdal, naqqas il-piż użat ta' kull 2-methoxyethanol*)

— iftaħ il-flixkun tat-trasferiment billi tneħħi l-valv,

— ħoll il-fdal kompletament fi kwantità magħrufa ta' solvent adattat,

— agħmel id-determinazzjoni mixtieqa b'alikwot.

Formoli għall-kalkolazzjoni huma:

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

fejn:

m_1 = massa ta' *aerosol* meħuda fil-flixkun tat-trasferiment;

m_2 = massa ta' fdal wara li tissaħħan f'40 °C;

r = perċentwal tas-sustanza partikolari f'm_2 (determinata skond il-metodu addattat);

R = perċentwal tas- sustanza partikolari fl-*aerosol* kif riċevut;

Q = massa totali tas- sustanza partikolari fid-*dispenser* ta' l-*aerosol*;

P = massa netta ta' *dispenser* inizjali ta' l-*aerosol* (kampjun bażiku).

5.4.2. *Analiżi ta' kostitwenti volatili b'gass kromatografiku*

5.4.2.1. Prinċipju

Uża siringa tal-kromatografija bil-gass, neħħi kwantità xierqa mill-flixkun tat-trasferiment. Imbagħad daħħal il-kontenuti tas-siringi fil-kromatografu tal-gass.

5.4.2.2. Aċċessorji

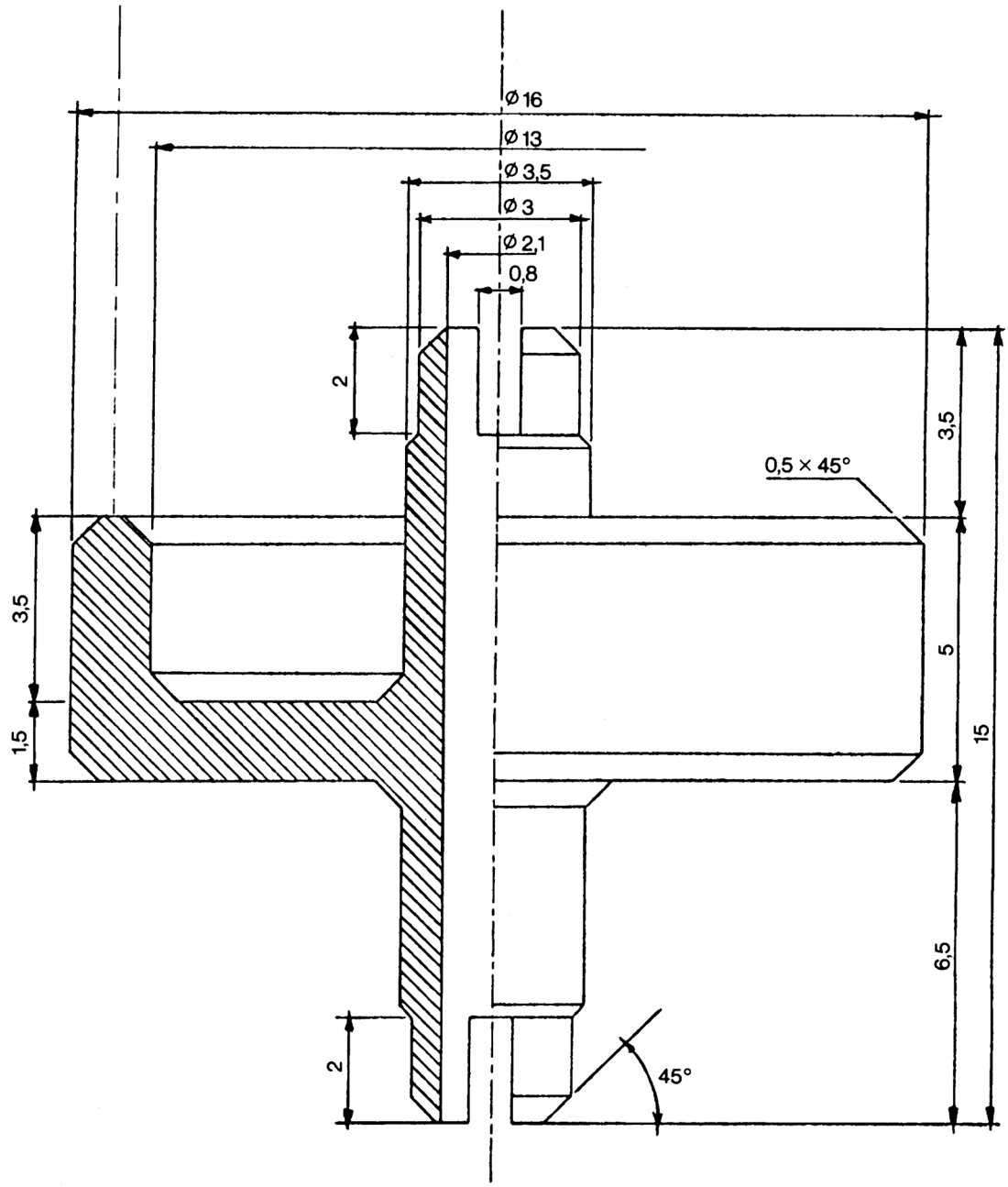
Siringa serje A2 ta' 25 µl jew 50 µl (Il-figura 5) għat-"teħid ta' kampjuni bi preċiżjoni" bi kromatografija tal-gass jew ekwivalenti. Din is-siringa hi mgħammra b'valv jisslajdja f'tarf il-labra. Is-siringa hi kkonnetjata mal-flixkun tat-trasferiment b'konnettur fil-flixkun u b'tubu tal-polietilina (tul 8 mm, dijametru intern 2,5 mm) fis-siringa.

5.4.2.3. Metodu

Wara li kwantità xierqa ta' prodott ta' *aerosol* tkun ittieħdet fil-flixkun tat-trasferiment, waħħal it-tarf konikali tas-siringa fil-flixkun tat-trasferiment kif deskritt f'5.4.2.2. Iftaħt il-valv u aspira kwantità xierqa ta' likwidu. Elimina l-bżieżaq tal-gass billi tħaddem il-plunger diversi drabi (kessaħ is-siringa jekk hemm bżonn). Agħlaq il-valv meta s-siringa jkollha kwantità xierqa ta' likwidu mingħajr bżieżaq u aqla' s-siringa mill-flixkun tat-trasferiment. Waħħal il-labra, daħħal is-siringa fl-injettur tal-gass kromatografiku, iftaħ il-valv u injetta.

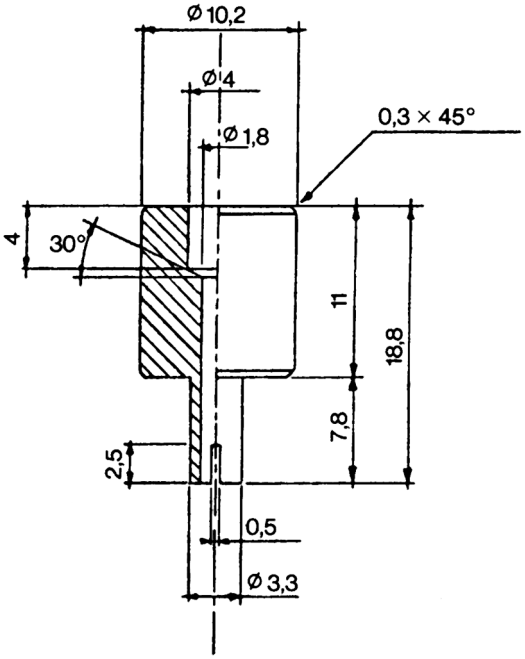
5.4.2.4. Standard intern

Jekk standard intern hu meħtieġ, huwa jkun introdott fil-flixkun tat-trasferiment (permezz ta' siringa ordinarja tal-ħġieġ bl-użu ta' konnettur).



Il-Figura 1

Konnettur P1



Il-Figura 2

Konnettur M2

Għal trasferiment bejn valvi maskili u feminili

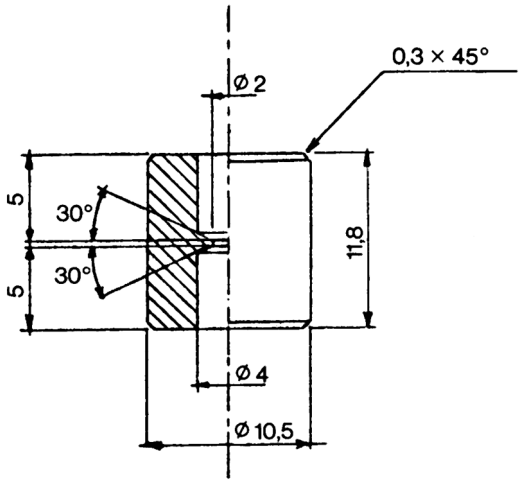


Figura 3

Konnettur M1

Għal trasferiment bejn żewġ valvi maskili

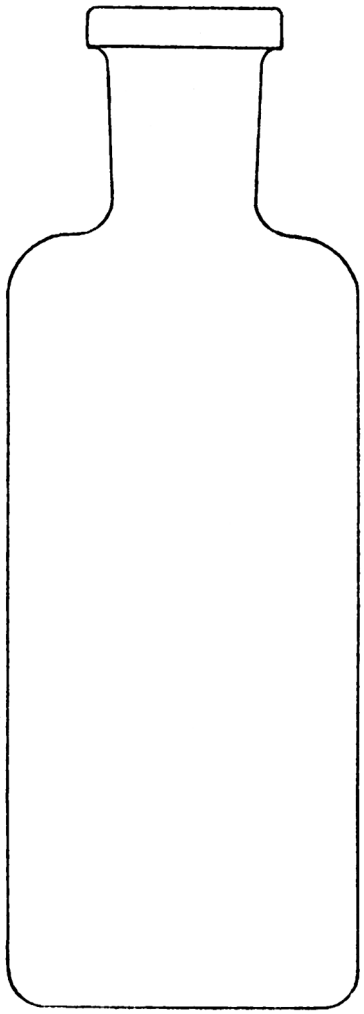


Figura 4

Flixkun tat-trasferiment

Kapaċità 50 sa 100ml

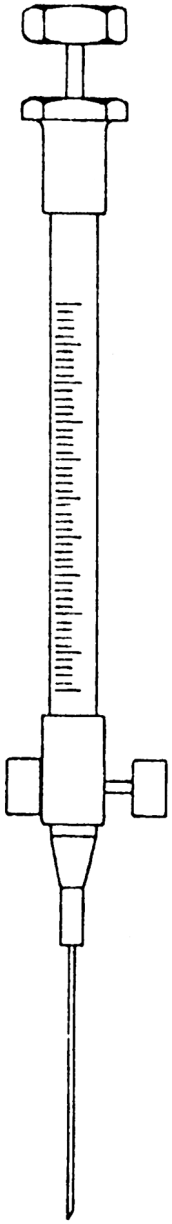


Figura 5

Siringa tal-gass bi pressjoni

III. DETERMINAZZJONI U IDENTIFIKAZZJONI TA' IDROSSIDI ĦIELSA TA' SODJU U POTASSJU

1. L-GĦAN U L-QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-metodu jispeċifika l-proċedura għall-identifikazzjoni tal-prodotti kosmetiċi li jkollhom ammonti sinifikanti ta' idrossidi ħielsa ta' sodju u/jew potassju u għad-determinazzjoni ta' idrossidi ħielsa ta' sodju u/jew potassju fil-preparazzjonijet ta' l-iddrittar tax-xagħar u preparazzjonijet solventi ta' l-epidermi tad-difer.

2. DEFINIZZJONI

L-idrossidu ħieles tas-sodju u l-potassju hu definit mill-volum ta' aċidu standard meħtieġ biex jinnewtralizza l-prodott taħt kondizzjonijet speċifikati, waqt li l-kwalità li tirriżulta tkun espressa bħala % m/m idrossidu ħieles tas-sodju.

3. PRINĊIPJU

Il-kampjun ikun maħlul jew imxerred fl-ilma u ttirtrat b'aċidu standard. Il-valur pH ikun irreġistrat fl-istess ħin maż-żieda ta' l-aċidu: għal soluzjoni sempliċi ta' idrossidi tas-sodju u l-potassju il-punt ta' tmiem hu ir-rata massima ċara tat-tibdil tal-valur pH irreġistrat.

Il-kurva tat-titrazzjoni sempliċi tista' ma tkunx ċara bil-preżenza ta':

(a) l-ammonja u bażijiet organiċi dgħajfin oħrajn, li huma infushom x'aktarx għandhom kurva ċatta ta' titrazzjoni. L-ammonja hi mneħħija bil-metodu ta' evaporazzjoni bi pressa mnaqqsa imma f'temperatura tal-kamra;

(b) melħ ta' aċidi dgħajfin, li jistgħu jikkaġunaw kurva ta' titrazzjoni b'diversi punti ta' inflessjoni. F'każijiet bħal dawn l-ewwel parti biss tal-kurva għall-ewwel minn dawn il-punti ta' inflessjoni tikkorrispondi għan-newtralizzazzjoni tal-jone ta' idroksil li ġej mill-idrossidu ħieles tas-sodju jew potassju.

Proċedura alternattiva għal titrazzjoni fl-alkoħol hi mogħtija fejn interferenza eċċessiva minn melħ ta' aċidi organiċi dgħajfin tkun indikata.

Filwaqt li l-possibiltà teoretika teżisti li bażijiet sodi oħrajn solubbli, eż. idrossidu tal-litju, idrossidu ta' l-ammonju kwaternarju, jistgħu ikunu preżenti u jikkaġunaw pH għoli, il-presenza ta' dawn f'dan it-tip tal-prodott kosmetiku hi improbabbli ħafna.

4. IDENTIFIKAZZJONI:

4.1. **Reaġenti**

4.1.1. Soluzzjoni pH 9,18 f'25 °C alkalina standard li żżomm il-konċentrazzjoni: 0,05 M dekaidrat tetraborat tas-sodju.

4.2. **Apparat**

4.2.1. Oġġetti tal-ħġieġ tal-laboratorju tas-soltu

4.2.2. Miter pH

4.2.3. Elettrodu ta' membrana tal-ħġieġ

4.2.4. Elettrodu standard ta' referenza ta' kalomel.

4.3. **Proċedura**

Ikkalibra il-miter pH b'elettrodi waqt li tuża soluzzjoni standard li żżomm il-konċentrazzjoni.

Ipprepara soluzzjoni jew tixrid ta' 10 % tal-prodott li għandu jkun analizzat, fl-ilma, u iffiltra. Kejjel il-pH. Jekk il-pH hu 12 jew iżjed trid issir determinazzjoni kwantitattiva.

5. DETERMINAZZJONI

5.1. **Titrazzjoni f'mezz milwiem**

5.1.1. *Reaġenti*

5.1.1.1. Aċidu idrokloriku 0.1 N standard

5.1.2. *Apparat*

5.1.2.1. Oġġetti tal-ħġieġ tal-laboratorju tas-soltu

5.1.2.2. Miter pH preferibbilment b'reġistratur

5.1.2.3. Elettrodu b'membrana tal-ħġieġ

5.1.2.4. Elettrodu ta' referenza kalomel standard.

5.1.3. *Proċedura*

Iżen b'eżattezza f'tazza biż-żennuna ta' 150-ml porzjon ta' test ta' bejn 0,5 u 1,0 g. Jekk hemm ammonja preżenti żid ftit *anti-bumping granules*, qiegħed it-tazza f'desikkatur bil-vakum, evakwa billi tuża pompa ta' l-ilma sakemm ir-riħa ta' l-ammonja ma tkunx iżjed tinxtamm (madwar tliet siegħat).

Żid 100 ml ilma, ħoll u xerred il-fdal u t-titrat bis-soluzzjoni 0,1 N ta' aċidu idrokloriku waqt li tirreġistra l-bdil fil-pH (5.1.2.2).

5.1.4. *Kalkolazzjoni*

Identifika l-punti ta' inflessjoni fuq il-kurvi tat-titrazzjoni. Fejn jidher l-ewwel punt ta' inflessjoni f'pH taħt 7 il-kampjun hu ħieles mill-idrossidu jew potassju tas-sodju.

Fejn hemm tnejn jew iżjed punti ta' inflessjoni fil-kurva l-ewwel waħda biss hi rilevanti.

Innota il-volum ta' titrant għal dan l-ewwel punt ta' l-inflessjoni.

Ħalli V tirrappreżenta dan il-volum ta' titrant, f'ml,

M tirrapreżenta l-piż tal-porzjon tat-test, fi grammi.

Il-kontenut ta' idrossidi tas-sodju u/jew tal-potassju fil-kampjun espress bħala% m/m ta' idrossidu tas-sodju hu kalkolat bl-użu tal-formola:

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

Tista' tinħoloq sitwazzjoni fejn, minkejja indikazzjonijiet tal-preżenza ta' kwantità sinifikanti ta' idrossidi tas-sodju u/jew tal-potassju, il-kurva tat-titrazzjoni tonqos milli turi xi punt distint ta' inflessjoni. F'każ bħal dan id-determinazzjoni għandha tkun ripetuta fl-isopropanol.

5.2. **Titrazzjoni fl-isopropanol**

5.2.1. *Reaġenti*

5.2.1.1. Isopropanol

5.2.1.2. Aċidu idrokloriku milwiem 1,0 N standard

5.2.1.3. Aċidu idrokloriku 0,1 N fl-isopropanol ippreparat immedjatament qabel jintuża billi tiddilwixxi l-aċidu idrokloriku milwiem 0,1 N bl-isopropanol.

5.2.2. *Apparat*

5.2.2.1. Oġġetti tal-ħġieġ tal-laboratorju tas-soltu

5.2.2.2. Miter pH preferibbilment b'reġistratur

5.2.2.3. Elettrodu b'membrana tal-ħġieġ

5.2.2.4. Elettrodu b'referenza ta' kalomel standard.

5.2.3. *Proċedura*

Iżen b'eżattezza f'tazza biż-żennuna ta' 150-ml porzjon ta' test ta' bejn 0,5 u 1,0g. Jekk ikun hemm ammonja preżenti żid ftit *anti-bumping granules*, qiegħed it-tazza f'desikkatur bil-vakum, evakwa billi tuża pompa ta' l-ilma sakemm ir-riħa ta' l-ammonja ma tkunx tinxtamm iżjed (madwar tliet siegħat).

Żid 100 ml isopropanol, ħoll u xerred il-fdal u t-titrat bl-aċidu idrokloriku 0,1 N fl-ispropanol (5.2.1.3) waqt li tirreġistra l-bdil f'pH li jidher (5.2.2.2).

5.2.4. *Kalkolazzjoni*

Bħal f'5.1.4. L-ewwel punt ta' inflessjoni hu f'pH li jidher ta' madwar 9.

5.3. **Ripetibilità** [1]

Għal kontenut ta' idrossidu ta' sodju jew potassju fil-medja ta' 5 % m/m bħala idrossidu tas-sodju, id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet mwettqa b'mod parrallel fuq l-istess kampjun m'għandhomx jeċċedu l-valur assolut ta' 0.25 %.

[1] Ara ISO/DIS 5725.

IV. **DETERMINAZZJONI U IDENTIFIKAZZJONI TA' AĊIDU OSSALIKU U L-MELĦ ALKALIN TIEGĦU FIL-PRODOTTI TAL-KURA TAX-XAGĦAR**

1. L-GĦAN U L-QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-metodu deskritt hawn taħt huwa addattat għad-determinazzjoni u l-identifikazzjoni ta' aċidu ossaliku u l-melħ alkalin tiegħu fil-prodotti tal-kura tax-xagħar. Dan jista' jkun użat għal soluzzjonijiet milwiema/alkoħoliċi bla kulur u lozjonijiet li jkollhom madwar 5 % ta' aċidu ossaliku jew kwantità ekwivalenti ta' ossalat alkalin.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut f'aċidu ossaliku u/jew il-melħ alkalin tiegħu determinat b'dan il-metodu hu espress bħala perċentwal bil-massa (m/m) ta' aċidu ossaliku ħieles fil-kampjun.

3. PRINĊIPJU

Wara t-tneħħija ta' kull aġent anjoniku attiv fil-wiċċ preżenti b'p-toluidine hydrochloride, l-aċidu ossaliku u/jew l-ossalati huma preċipitati bħala ossalat tal-kalċju, fejn imbagħad is-soluzzjoni tkun filtrata. Il-preċipitat jinħall f'aċidu sulforiku u ttitrat kontra l-permanganat tal-potassju.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandu jkollhom purità analitika ta'

4.1. 5 % ($^{m}/_{m}$) soluzzjoni ta' aċetat ta' l-ammonju

4.2. 10 % ($^{m}/_{m}$) soluzzjoni ta' klorur tal-kalċju

4.3. 95 % (V/V) etanol

4.4. tetraklorur tal-karbonju

4.5. etere etiliku

4.6. 6,8 % ($^{m}/_{m}$) soluzzjoni p-toluidine dihydrochloride

4.7. 0,1 N soluzzjoni tal-permanganat tal-potassju

4.8. 20 % ($^{m}/_{m}$) aċidu sulforiku

4.9. 10 % ($^{m}/_{m}$) aċidu idrokloriku

4.10. Triedriat ta' l-aċetat tas-sodju

4.11. Aċidu aċetiku glaċjali

4.12. Aċidu sulforiku (1:1)

4.13. Soluzzjoni ta' idrossidu tal-barju saturata

5. APPARAT

5.1. *Funnels* li jisseparaw, 500 ml

5.2. Tazzi biż-żennuna, 50 ml u 600 ml

5.3. Griġjoli b'filtru tal-ħġieġ, G-4

5.4. Ċilindri tat-tkejjil, 25 ml u 100 ml

5.5. Pipetti, 10 ml

5.6. Suction flasks, 500 ml

5.7. Pompa ta' l-ilma bil-ġett

5.8. Termometru gradwat minn 0 sa 100 °C

5.9. Stirrer manjetiku b'element li jsaħħan

5.10. Vireg manjetiċi li jħawdu, miksijin bit-teflon

5.11. Buretta, 25 ml

5.12. Flasks konikali, 250 ml

6. PROĊEDURA

6.1. Iżen 6 sa 7 g tal-kampjun u itfa' f'*beaker* ta' 50-ml, ġib il-pH għal 3 b'aċidu idrokloriku miżjud (4.9) u aħsel ġo *funnel* li tissepara b'100 ml ta' ilma distillat. Żid suċċessivament 25 ml ta' etanol (4.3), 25 ml ta' soluzzjoni p-toluidine dihydrochloride (4.6) u 25 sa 30 ml tetraklorur tal-karbonju (4.4) u ħawwad it-taħlita sew.

6.2. Wara s-separazzjoni tal-fażijiet, neħħi l-fażi t'isfel (organika) u irrepeti l-estrazzjoni, waqt li tuża r-reaġenti msemmija f'6.1, u erġa neħħi l-fażi organika.

6.3. Aħsel is-soluzzjoni milwiema f'*beaker* ta' 600 ml u neħħi kull tetraklorur tal-karbonju li jkun għadu preżenti billi tgħalli s-soluzzjoni.

6.4. Żid 50 ml ta' soluzzjoni ta' l-aċetat ta' l-ammonju (4.1), ħalli s-soluzzjoni sakemm tagħli (5.9) u ħawwad 10 ml ta' soluzzjoni tal-klorur tal-kalċju taħraq (4.2) fis-soluzzjoni tagħli; ħalli l-preċipitazzjoni toqgħod.

6.5. Iċċekkja li l-preċipitazzjoni hi kompleta u żid ftit taqtiriet fis-soluzzjoni tal-klorur tal-kalċju (4.2), ħalli t-temperatura tiksaħ sa dik tal-kamra u mbagħad ħawwad f'200 ml ta' etanol (4.3); (5. 10) ħalliha toqgħod għal 30 minuta.

6.6. Iffiltra l-likwidu minn griġjol b'filtru tal-ħġieġ (5.3), ittrasferixxi l-preċipitat bi kwantità żgħira ta' mishun (50 sa 60 °C) fil-griġjol bil-filtru u aħsel il-preċipitat b'ilma kiesaħ.

6.7. Aħsel il-preċipitat ħames darbiet bi ftit etanol (4.3) u mbagħad ħames darbiet bi ftit etere etiliku (4.5) u ħoll il-preċipitat f'50 ml ta' aċidu sulforiku jaħraq (4.8) billi tgħaddi 'l dan ta' l-aħħar minn griġjol b'filtru taħt pressjoni mnaqqsa.

6.8. Ittrasferixxi s-soluzzjoni mingħajr telf fi flask konikali (5.11) u ittitra kontra soluzzjoni tal-permanganat tal-potassju (4.7) sa kemm tinħoloq kolorazzjoni ta' roża ċar.

7. KALKOLAZZJONI

Il-kontenut ta' kampjun espress bħala perċentwal ta' aċidu ossaliku bil-massa hu ikkalkolat mill-formola

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

fejn:

A hi l-konsum ta' 0,1 N ta' permanganat tal-potassju mkejjel skond 6,8;

E hu t-test tal-kwantità ta' kampjun fi grammi (6,1);

4.50179 hu l-fattur ta' konverżjoni għal aċidu ossaliku.

8. RIPETIBILITÀ ([1])

Għal kontenut ta' aċidu ossaliku ta' madwar 5 % id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijet fil-parallel mwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi valur assolut ta' 0,15 %.

9. IDENTIFIKAZZJONI

9.1. **Prinċipju**

Aċidu ossaliku u/jew ossalati huma preċipitati bħala ossalat tal-kalċju u maħlula f'aċidu sulforiku Mas-soluzzjoni jiżdied ftit soluzzjoni tal-permanganat tal-potassju, li jsir bla kulur u jikkawża l-formazzjoni ta' diossidu tal-karbonju. Meta d-diossidu tal-karbonju li jirriżulta hu mgħoddi minn soluzzjoni ta' idrossidu tal-barju, preċipitat abjad (qisu ħalib) ta' karbonat tal-barju jifforma.

9.2. **Proċedura**

9.2.1. Ittratta porzjon tal-kampjun li għandu jkun analizzat kif deskritt fis-sezzjoni 6.1 sa 6.3; dan għandu jneħħi kull deterġent preżenti.

9.2.2. Żid mimli tarf ta' spatula aċetat tas-sodju (4.10) ma' madwar 10 ml tas-soluzzjoni miksuba skond 9.2.1 u aċidifika s-soluzzjoni bi ftit qtar ta' aċidu aċetiku glaċjali (4.11).

9.2.3. Żid soluzzjoni 10 % ta' klorur tal-kalċju (4.2) u ffiltra. Ħoll il-preċipitat ta' l-ossalat tal-kalċju f'2 ml ta' aċidu sulforiku (1:1) (4.12).

9.2.4 Ittrasferixxi s-soluzzjoni f'*test tube* u żid bi qtar madwar 0,5 ml ta' 0,1 N ta' soluzzjoni ta' permanganat tal-potassju (4.7). Jekk ikun hemm xi ossalat, is-soluzzjoni titlef il-kulur l-ewwel gradwalment u mbagħad malajr.

9.2.5. Immedjatment wara li żżid il-permanganat tal-potassju, poġġi tubu xieraq tal-ħġieġ b'tapp fuq it-test tube, saħħan ftit il-kontenuti u iġbor id-diossidu tal-karbonju ffurmat f'soluzzjoni ta' idrossidu tal-barju saturat (4.13). Id-dehra, wara tlieta sa ħames minuti, ta' sħaba qiesa ħalib ta' karbonat tal-barju tindika l-preżenza ta' aċidu ossaliku.

([1]) Ara ISO/DIS 5725.

V. **DETERMINAZZJONI TA' KLOROFORM FIT-*TOOTHPASTE***

1. L-GĦAN U L-QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu hu użat għad-determinazzjoni ta' kloroform fit-*toothpaste* bi kromatografija tal-gass. Dan il-metodu hu addattat għad-determinazzjoni ta' kloroform f'livelli ta' 5 % jew inqas.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' kloroform determinat b'dan il-metodu hu espress bħala perċentwal bil-massa tal-prodott.

3. PRINĊIPJU

It-*toothpaste* hu mdaħħal f'taħlita ta' dimethylformamide/methanol li magħha tiżdied kwantità magħrufa ta' acetonitrile bħala standard intern. Wara ċ-ċentrifigazzjoni, porzjon tal-faża likwida tiġi suġġettata għal kromatografija bil-gass u l-kontenut ta' kloroform ikkalkolat.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. Porapak Q, Kromosorb 101 jew ekwivalenti, 80 sa 100 *mesh*

4.2. Acetonitrile

4.3. Kloroform

4.4. Dimethylformamide

4.5. Metanol

4.6. Soluzzjoni ta' standard intern.

Għaddi minn pipetta 5 ml ta' dimethylformamide (4.4) fi flask standard ta' 50 ml u żid madwar 300 mg (M mg) ta' acetonitrile, miżun eżatt. Żid kif hemm bżonn xi dimethylformamide u ħawwad.

4.7. Soluzzjoni għad-determinazzjoni ta' fattur ta' reazzjoni relattiva. Għaddi minn pipetta eżattament 5 ml ta'soluzzjoni standard interna (4.6) fi flask standard ta' 10 ml u żid madwar 300 mg (M_1 mg) ta' kloroform, miżun eżatt. Żid kif hemm bżonn xi dimethylformamide u ħawwad.

5. APPARAT U TAGĦMIR

5.1. Bilanċ analitiku.

5.2. Kromatografu tal-gass, b'ditekter ta' fjamma jonizzata.

5.3. Mikro-siringa b'kapaċità ta' 5 sa 10 µl u gradwazzjoni ta' 0.1 µl.

5.4. *Bulb pipettes* b'kapaċitajiet ta' 1, 4 u 5 ml.

5.5. Flaskijiet volumetriċi, 10 u 50 ml.

5.6. *Test tubes*, madwar 20 ml, b'tappijiet ikkaminati, Sovirel France Nru 20 jew ekwivalenti It-tapp ikkaminat għandu plattin li jagħlaq minn ġewwa miksi f'naħa waħda bit-teflon.

5.7. Ċentrifugu.

6. PROĊEDURA

6.1. **Kondizzjonijet adattati għall-kromatografija bil-gass**

6.1.1. Materjal tal-kolonna: ħġieġ

tul: 150 ċm,

dijametru intern: 4 mm,

dijametru estern: 6 mm.

6.1.2. Ippakkja l-kolonna b'Porapak Q, Chromosorb 101 jew ekwivalenti 80 sa 100 *mesh* (4.1) bl-aċidu ta' vibratur.

6.1.3. *Detector*, fjamma jonizzata: aġġusta is-sensitività tagħha hekk li meta 3 µl tas-soluzzjoni 4.7 hi injettata, it-tul tal-quċċata aċetonitrili ikun madwar tlett kwarti ta' diflessjoni sħiħa.

6.1.4. Gassijiet*:*

Portatur, nitroġenu, rata ta' fluss 65 ml/min.

Awżiljari: aġġusta l-fluss tal-gassijiet għall mad-ditekter biex il-fluss ta' l-arja jew ossiġnu jkun ħames sa 10 darbiet dak ta' l-idroġenu.

6.1.5. *Temperaturi:*

blokka ta' l	injettatur 210°C
blokka tad	ditekter 210°C
forn colonna	175°C

6.1.6. *Veloċità b'*chart

madwar 100 ċm fis-siegħa

6.2. **Preparazzjoni ta' kampjun**

ħu l-kampjun għal analiżi minn tubu li mhux miftuħ. Neħħi terz tal-kontenut, erġa poġġi t-tapp fuq it-tubu, ħawwad b'attenzjoni fit-tubu u mbagħad ħu l-porzjon tat-test.

6.3. **Determinazzjoni**

6.3.1. Iżen, f'tubu bl-għonq tal-kamin (5.6) sa l-eqreb 10 mg, 6 sa 7 g (M_o g) tat-*toothpaste* ippreparat skond it-taqsima 6.2, u żid tlett żibeġ tal-ħġieġ żgħar.

6.3.2. Ippipettja eżatt 5 ml tas-soluzzjoni standard interna (4.6), 4 ml ta' dimethylformamide (4.4) u 1 ml ta' metanol (4.5) fit-tubu, għalaq it-tubu u ħawwad.

6.3.3. Ħawwad għal nofs siegħa b'*shaker* mekkaniku u ċċentrifuga t-tubu magħluq għal 15-il minuta, b'tali veloċità li tipproduċi separazzjoni ċara tal-fażijiet.

Nota:*Xi kultant jiġri li l-fażi likwida tibqa' xorta mdaħħna wara ċ-ċentrifugazzjoni. Xi titjib jista' jinkiseb billi żżid 1 sa 2 g klorur tas-sodju mal-fażi likwida, tħallih joqgħod u terġa' tiċċenrifuga.*

6.3.4. Injetta 3 µl minn din is-soluzzjoni (6.3.3) skond il-kondizzjonijiet deskritti fit-taqsima 6.1. Irrepeti din l-operazzjoni. Għall-kondizzjonijiet deskritti hawn fuq, id-drabi ta' ritenzjoni li ġejjin jistgħu jingħataw bħala valuri ta' gwida:

metanol	madwar minuta
acetonitrile	madwar 2.5 minuti
kloroform	madwar sitt minuti
dimethylformamide	> 15-il minuta

6.3.5. *Determinazzjoni tal-fattur ta' reazzjoni relattiva*

Injetta 3 µl tas-soluzzjoni 4.7 għad-determinazzjoni ta' dan il-fattur. Irrepeti din l-operazzjoni. Iddetermina l-fattur ta' reazzjoni relattiva kuljum.

7. KALKOLAZZJONIJIET

7.1. **Kalkolazzjoni tar-reazzjoni relattiva**

7.1.1. Kejjel l-għoli u l-wisa' f'nofs l-għoli tal-quċċata ta' l-acetonitrile u l-kloroform u ikkalkola l-arja taż-żewġ qċaċet, billi tuża l-formola: għoli × wisa' f'nofs għoli.

7.1.2. Iddetermina l-arja tal-qċaċet ta' l-acetonitrile u l-kloroform fil-kromatogrammi miksuba skond it-taqsima 6.3.5 u kkalkola r-reazzjoni relattiva f_s bl-għajnuna tal-formola li ġejja:

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

fejn:

f_s = il-fattur ta' reazzjoni relattiva għall-kloroform;

As = l-arja tal-quċċata tal-kloroform (6.3.5);

Ai = l-arja tal-quċċata ta' l- acetonitrile (6.3.5);

Ms = il-kwantità ta' kloroform f'mg kull 10 ml tas-soluzzjoni msemmija fit-taqsima 6.3.5 (= M1);

Mi = il-kwantità ta'acetonitrile f'mg kull 10 ml tas-soluzzjoni msemmija fit-taqsima 6.3.5 (= 1/10 M);

Ikkalkola l-medja tal-qari miksub.

7.2 **Kalkolazzjoni tal-kontenut ta' kloroform**

7.2.1. Ikkalkola skond it-terminu 7.1.1 ż-żona tal-qċaċet tal-kloroform u l-acetonitrile tal-kromatogrammi miksuba bil-proċedura deskritta fit-taqsima 6.3.4.

7.2.2. Ikkalkola l-kontenut ta' kloroform fit-*toothpaste* bl-għajnuna tal-formola li ġejja:

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

As. Mi = As. $^1/_{10}$ M

% X = il-kontenut ta' kloroform tat-*toothpaste* espress bil-massa;

As = ż-żonatal-quċċata tal-kloroform (6.3.4);

Ai = ż-żonatal-quċċata ta' l- acetonitrile (6.3.4);

M_{sx} = il-massa f'mg tal-kampjun imsemmi fit-taqsima 6.3.1 (= 1000.M_o)

Mi = il-kwantità ta'acetonitrile f'mg kull 10 ml tas-soluzzjoni miksuba skond it--taqsima 6.3.5 (1/10 M).

Ikkalkola l-medja tal-livelli miksuba u agħti r-riżultat b'eżattezza fil-limitu ta' 0,1 %.

8. RIEPETIBBILITÀ ([1])

Għal kontenut ta' kloroform ta' madwar 3 %, id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijet fil-parallel imwettqa fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,3 %.

VI. **DETERMINAZZJONI TAŻ-ŻINGU**

1. L-GĦAN U L-QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu hu addattat għad-determinazzjoni taż-żingu preżenti bħala klorur, sulfat jew 4-idroxybenżina-sulfonat, jew bħala assoċjazzjoni ta' dawn il-kwalitajiet ta' melħ taż-żingu, fil-kosmetiċi.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' żingu tal-kampjun hu determinat gravimetrikament bħala il-bis (2-methyl-8-quinolyl oxide) u hu espress bħala perċentwal tal-massa ta' żingu fil-kampjun.

3. PRINĊIPJU

Żingu preżenti f'soluzzjoni hu preċipitat f'medium ta' aċidu bħala żingu bis(2-methyl-8-quinolyl oxide). Wara l-filtrazzjoni il-preċipitazzjoni titnixxef u tintiżen.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1. 25 % ($^m/_m$) ammonja ikkonċentrata; d $\frac{20}{4} = 0 \cdot 91$

4.2. Aċidu aċetiku glaċjali

4.3. Aċetat ta' l-ammonju

4.4. 2-Methylquinolin-8-ol

4.5. 6 % ($^m/_v$) soluzzjoni ta' ammonju

Ittrasferixxi 240 g ta' ammonja kkonċentrata (4.1) fi flask standard ta' 1 000-ml, żid sal-marka b'ilma distillat u ħawwad.

4.6. 0,2 M soluzzjoni ta' aċetat ta' l-ammonju

Ħoll 15,4 g ta' aċetat ta' l-ammonju (4.3) f'ilma distillat, żid sal-marka fi flask standard ta 1 000-ml u ħawwad.

4.7. Soluzzjoni 2-Methylquinolin-8-ol

Ħoll 5 g ta' 2-methylquinolin-8-ol fi 12 ml ta' aċidu aċetiku glaċjali u ttrasferixxi bl-ilma distillat fi flask standard ta' 100 ml. Żid sal-marka b'ilma distillat u ħawwad.

5. APPARAT U TAGĦMIR

5.1. Flaskijiet standard, 100 u 1 000 ml

5.2. *Beaker*s, 400 ml

5.3. Ċilindri tat-tkejjil, 50 u 150 ml

5.4. Pipetti gradwati, 10 ml

([1]) Ara ISO/DIS 5725.

5.5. Griġjoli b'filtru tal-ħġieġ, G-4

5.6. Flaskijiet vakum, 500 ml

5.7. Pompa bil-ġett ta' l-ilma

5.8. Termometru gradwat minn 0 sa 100 ºC

5.9. Desikkatur b'desikkant addattat u indikatur ta' l-umdità, eż. *silicagel* jew ekwivalenti

5.10. Forn li jnixxef regolat għal temperatura ta' 150 ± 2 ºC

5.11. Miter pH

5.12. Hot plate.

6. PROĊEDURA

6.1. Iżen f'*beaker* ta' 400 ml, 5 sa 10 g (M grams), li jkun fih madwar 50 sa 100 mg ta' żingu, tal-kampjun li jrid jiġi analizzat żid 50 ml ta' ilma distillat u ħawwad.

6.2. Għal kull 10 mg ta' żingu preżenti fis-soluzzjoni (6.1) żid 2 ml ta' soluzzjoni 2-methylquinolin-8-ol (4.7) u ħawwad.

6.3. Iddilwixxi t-taħlita b'150 ml ta' ilma distillat, ġib it-temperatura tat-taħlita sa 60ºC (5.12) u żid 45 ml ta' 0.2M soluzzjoni ta' aċetat ta' l-ammonju, waqt li tħawwad kontinwament.

6.4. Aġġusta l-pH tas-soluzzjoni għal minn 5,7 sa 5,9, b'6 % soluzzjoni ta' ammonja (4.5). waqt li tħawwad kontinwament; uża miter pH biex tkejjel il-pH tas-soluzzjoni.

6.5. Ħalli s-soluzzjoni toqgħod għal 30 minuta. Iffiltra bil-għajnuna ta' pompa bil-ġett ta' l-ilma minn griġjol G-4 bil-filtru li jkun ġie mnixxef min qabel (150 ºC) u miżun wara li jiksaħ (M_0 grammi), u aħsel il-preċipitat b'150 ml ta' ilma distillat f'95 ºC.

6.6. Qiegħed il-griġjol ġo forn li jnixxef regolat fuq 150 ºC u nixxef għal siegħa.

6.7. Neħħi l-griġjol mill-forn li jnixxef, poġġih f'desikkatur (5.9) u, meta jkun kesaħ għal temperatura ta' kamra, iddetermina l-massa (M_1 grammi).

7. KALKOLAZZJONI

Ikkalkola l-kontenut ta' żingu tal-kampjun bħala perċentwal bil-massa (% $^{m}/_{m}$) bil-għajnuna tal-formola li ġejja:

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

fejn:

M = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud skond 6.1;

M_0 = il-massa fi grammi tal-griġjol vojt b'filtru niexef (6.5);

M_1 = il-massa fi grammi ta' griġjol b'filtru bi preċipitat (6.7).

8. RIPETIBILITÀ ([1])

Għal kontenut ta' żingu ta' madwar 1 % ($^{m}/_{m}$), id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijet fil-parallel fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi l-valur assolut ta' 0,1 %.

VII. **DETERMINAZZJONI U IDENTIFIKAZZJONI TA' AĊIDU 4-IDROXYBENŻINASULFONIKU**

1. L-GĦAN U L-QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu hu addattat għall-identifikazzjoni u d-detertminazzjoni ta' aċidu 4-hydroxybenżenesulphonic fi prodotti kosmetiċi bħal *aerosols* u lozjonijiet tal-wiċċ.

2. DEFINIZZJONI

Il-kontenut ta' aċidu 4-idroxybenżinasulfoniku determinat skond dan il-metodu hu espress bħala perċentwal bil-massa ta' anhydrous zinc 4-hydroxybenzenesulphonate fil-prodott.

([1]) Ara ISO/DIS 5725.

3. PRINĊIPJU

Il-porzjon tat-test hu kkonċentrat taħt pressa mnaqqsa, maħlul fl-ilma u ppurifikat bl-estrazzjoni tal-kloroform. Id-determinazzjoni ta' aċidu 4-idroxybenżinasulfoniku issir jodometrikament fuq alikwot ta' soluzzjoni milwiema ffiltrata.

4. REAĠENTI

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' purità analitika.

4.1 36 % ($^{m}/_{m}$) aċidu idrokloriku ikkonċentrat $\left(d\ \frac{20}{4} = 1 \cdot 18\right)$

4.2. Kloroform

4.3. Butanol-1-ol

4.4. Aċidu aċetiku glaċjali

4.5. Jodju tal-potassju

4.6. Bromur tal-potassju

4.7. Karbonat tas-sodju

4.8. Aċidu sulfaniliku

4.9. Nitritu tas-sodju

4.10. 0,1 N bromat tal-potassju

4.11. 0,1 N soluzzjoni thiosulphate tas-sodju

4.12. 1 % ($^{m}/_{v}$) soluzzjoni milwiema ta' lamtu

4.13. 2 % ($^{m}/_{v}$) soluzzjoni milwiema ta' karbonat tas-sodju

4.14. 4,5 % ($^{m}/_{v}$) soluzzjoni milwiema ta' nitrat tas-sodju

4.15. 0,05 % ($^{m}/_{v}$) soluzzjoni ta' dithizone fil-kloroform

4.16. Solvent li qed jiżviluppa: butan-1-ol/aċidu aċetiku glaċjali/ilma (4: 1: 5 partijiet bil-volum); wara t-taħlit ġo *funnel* separat, armi il-fażi t'isfel.

4.17. Reaġent Pauly

Ħoll 4,5 g ta' aċidu sulfaniliku (4.8) f'45 ml ta' aċidu idrokloriku ikkonċentrat (4.1), waqt li ssaħħan, u iddilwixxi s-soluzzjoni bl-ilma sa 500 ml. Kessaħ 10 ml tas-soluzzjoni f'dixx b'ilma bis-silġ u żid, waqt li tħawwad, 10 ml ta' soluzzjoni ta' nitritu tas-sodju kiesħa (4.14). Ħalli s-soluzzjoni toqgħod għal 15-il minuta f'0° C (f'din it-temperatura din is-soluzzjoni tibqa' stabbli għal minn jum sa tliet ijiem) u immedjatament qabel troxx (7.5) żid 20 ml ta' soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju (4.13).

4.18. Pjastri ċelluloži preparati għal-lest għal kromatografija b'saff irqiq; format 20 × 20 ċm, ħxuna tas-saff assorbenti 0.25 mm;

5. APPARAT U TAGĦMIR

5.1. Flaskijiet bil-qiegħ tond b'tapp tal-ħġieġ miftuħ; 100 ml

5.2. *Funnel* li jissepara, 500 ml

5.3. Flask konikali b'tapp tal-ħġieġ miftuħ, 250 ml

5.4. *Burette*, 25 ml

5.5. *Bulb pipettes*, 1, 2 u 10 ml

5.6. Pipetta gradwata, 5 ml

5.7. Mikro-siringa,10 µl bi gradwazzjonijiet ta' 0.1 µl

5.8. Termometru gradwat minn 0 sa 100 °Ċ

5.9. Banju ta' l-ilma mgħammar b'element li jsaħħan

5.10 Forn li jnixxef, ivventilat tajjeb u regolat fuq 80 °Ċ

5.11. L-apparat tas-soltu għat-twettiq ta' kromatografija b'saff irqiq.

6. PREPARAZZJONI TA' KAMPJUN

Fil-metodu deskritt hawn taħt għall-identifikazzjoni u d-determinazzjoni ta' aċidu idroxybenżinasulfoniku fl-*aerosols* isir użu mill-fdal miksub billi toħroġ mil-landa ta' l-*aerosol* is-solventi u l-propellanti li jevaporizzaw taħt pressa normali.

7. IDENTIFIKAZZJONI

7.1. Bl-għajnuna ta' mikro-siringa (5.7) applika 5 µl tal-fdal (6) jew kampjun f'kull wieħed mis-sitt punti fil-linja tal-bidu f'distanza ta' 1 ċm mit-tarf t'isfel tat-*thin-layer plate* (4.18).

7.2. Qiegħed il-platt f'tank ta' l-iżvilupp li diġà fih is-solvent li qed jiżviluppa (4.16) u żviluppa sakemm il-*front* tas-solvent ikun laħaq 15-il ċm mil-linja tal-bidu.

7.3. Neħħi l-platt mill-banju u nixxef f'80 °C sa kemm l-ebda fwar ta' aċidu aċetiku ma jkun perċettibbli. Roxx il-platt b'soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju (4.13) u nixxef fl-arja.

7.4. Għatti nofs il-platt bi platt tal-ħġieġ u roxx il-parti mhux mgħottija b'soluzzjoni ta' dithizone 0,05 % (4.15). Id-dehra ta' tikek ħomor jagħtu fil-vjola fil-kromatogramma tindika l-preżenza ta' joni taż-żingu.

7.5. Għatti nofs il-platt imraxxax bi platt tal-ħġieġ u roxx in-nofs l-ieħor bir-reaġent Pauly (4.17). Il-preżenza ta' aċidu 4-idroxybenżinasulfoniku hi indikata bid-dehra ta' tikka kannella tagħti fl-isfar b'valur Rf ta' madwar 0,26 fil-waqt li tikka safra b'valur Rf ta' madwar 0,45 fil-kromatogramma tindika l-preżenza ta' aċidu 3-idroxybenżinasulfoniku.

8. DETERMINAZZJONI

8.1. Iżen 10 g tal-kampjun jew il-fdal (6) fi flask ta' 100 ml b'qiegħ tond u evapora kważi sa nixfa totali taħt vakum fl-evaporatur rotatorju fuq banju ta' l-ilma miżmum f'40 °C.

8.2. Ippipetta 10,0 ml (V_1 ml) ilma fil-flask u ħoll il-fdal ta' l-evaporazzjoni (8.1) billi ssaħħan.

8.3. Kwantitativament ittrasferixxi is-soluzzjoni ġo *funnel* li jissepara (5.2) u iġbed is-soluzzjoni milwiema darbtejn b'porzjonijiet ta' 20 ml ta' kloroform (4.2). Wara kull estrazzjoni warrab il-fażi tal-kloroform.

8.4. Iffiltra s-soluzzjoni milwiema minn filtru skanalat. Jiddependi mill-kontenut mistenni ta' aċidu idroxybenżinasulfoniku, ippipetta 1,0 jew 2,0 ml (V_2) tal-filtrat fi flask konikali ta' 250-ml (5.3)u iddilwixxi sa 75 ml bl-ilma.

8.5. Żid 2,5 ml ta' aċidu 36 % idrokloriku (4.1) u 2,5 g ta' bromur tal-potassju (4.6), ħawwad u ġib it-temperatura tas-soluzzjoni għal 50 °C permezz ta' banju ta' l-ilma.

8.6. Minn buretta, żid 0,1 N bromat tal-potassju (4.10) sakemm is-soluzzjoni, li għadha f'50 °C issir safra.

8.7. Żid 3,0 ml oħra ta'soluzzjoni ta' bromat tal-potassju (4.10), agħmel it-tapp fil-flask u ħallih joqgħod għal 10 minuti f'banju ta' l-ilma b'50 °C.

Jekk wara 10 minuti is-soluzzjoni titlef il-kulur tagħha, żid 2,0 ml oħra ta' soluzzjoni ta' bromat tal-potassju (4.10), agħmel it-tapp fil-flask u saħħan għal 10 minuti f'banju ta' l-ilma b'50 °C. Irreġistra l-kwantità totali tas-soluzzjoni tal-bromat tal-potassju miżjuda (a).

8.8. Kessaħ is-soluzzjoni għal temperatura tal-kamra, żid 2 g ta' jodur tal-potassju (4.5) u ħawwad.

8.9. Ittitra l-jodju iffurmat kontra soluzzjoni 0,1 N ta' thiosulphate tas-sodju (4.11). Fl-aħħar tat-titrazzjoni żid ftit qtar tas-soluzzjoni tal-lamtu (4.12) bħala indikatur. Irreġistra l-kwantità ta' thiosulphate tas-sodju użat (b).

9. KALKOLAZZJONI

Ikkalkola l-kontenut ta' hydroxybenzenesulphonate taż-żingu tal-kampjun jew fdal (6) bħala perċentwal bil-massa (% $^{m}/_{m}$) permezz tal-formola li ġejja:

$$\text{żingu hydroxybenzenesulphonate} \frac{(a - b) \times V_1 \times 0{,}00514 \times 100}{m \times V_2}$$

fejn:

a = il-kwantità totali f'millilitri ta' soluzzjoni 0,1 N ta' bromat tal-potassju miżjuda (8.7),

b = il-kwantità f'millilitri ta' soluzzjoni 0,1 N ta' thiosulphate tas-sodju użata għal titrazzjoni lura (8.9),

m = il-kwantità tal-prodott jew fdal analizzat, espressa f'milligrammi (8.1),

V_1 = il-volum tas-soluzzjoni miksuba skond 8.2, espress f'millilitri,

V_2 = il-volum tal-fdal ta' l-evaporazzjoni maħlul użat għall-analiżi (8.4), espress f'millilitri.

Nota:*Fil-każ ta' l-aerosols*, ir-riżultat tat-tkejjil f'% ($^{m}/_{m}$) tal-fdal (6) irid ikun espress f'termini tal-prodott oriġinali. Għall-għan ta' din il-konverżjoni, referenza għandha ssir għar-regoli dwar il-kampjunar ta' l-*aerosols*.

10. RIPETIBILITÀ [1]

Għal kontenut ta'madwar 5 % hydroxybenzenesulphonate taż-żingu, id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ determinazzjonijiet mwettqa fil-parallela fuq l-istess kampjun m'għandhiex teċċedi valur assolut ta' 0.5 %.

11. INTERPRETAZZJONI TAR-RIŻULTATI

Skond id-Direttiva tal-Kunsill 76/768/KEE li għandha x'taqsam mal-prodotti kosmetiċi, il-massimu awtorizzat ta' konċentrazzjoni ta' 4-hydroxybenzenesulphonate ta' żingu f'lozjonijiet tal-wiċċ u deodoranti hu 6 % ($^{m}/_{m}$). Din il-formulazzjoni tfisser li barra l-kontenut ta' aċidu idroxybenżinasulfoniku, il-kontenut ta' żingu irid ikun determinat. Multiplikazzjoni tal-kontenut ikkalkolat ta'hydroxybenzenesulphonate taż-żingu (9) b'fattur ta' 0,1588 jagħti l-kontenut minimu ta' żingu f'% ($^{m}/_{m}$) li għandu jkun teoretikament preżenti fil-prodott mħabba l-kontenut mkejjel ta' aċidu idroxybenżinasulfoniku. Il-kontenut ta' żingu kif attwalment imkejjel gravimetrikament (ara d-dispożizzjonijiet rilevanti) jista', madanakollu, ikun ogħla, għaliex il-klorur taż-żingu u s-sulfat taż-żingu jistgħu jkunu wżati ukoll fi prodotti kosmetiċi.

[1] Ara ISO/DIS 5725.