31980L1335

31.12.1980 ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV L 383/27

PRVÁ SMERNICA KOMISIE

z 22. decembra 1980

o aproximácii právnych predpisov členských štátov týkajúcich sa metód analýzy potrebných na kontrolu zloženia kozmetických výrobkov

(80/1335/EHS)

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 76/768/EHS z 27. júla 1976 o aproximácii právnych predpisov členských štátov vzťahujúcich sa na kozmetické výrobky [1], zmenenú a doplnenú smernicou 79/661/EHS [2], a najmä na jej článok 8 ods. 1,

keďže smernica 76/768/EHS ustanovuje úradné testovanie kozmetických výrobkov s cieľom zabezpečiť, aby sa vyhovelo podmienkam ustanoveným opatreniami spoločenstva týkajúcimi sa zloženia kozmetických výrobkov;

keďže všetky potrebné metódy analýzy musia byť čím skôr ustanovené; keďže ustanovenie metód na odber vzoriek, laboratórnu prípravu, dôkaz a stanovenie voľného hydroxidu sodného a draselného, dôkaz a stanovenie kyseliny šťaveľovej a jej solí s alkalickými kovmi vo výrobkoch na ošetrovanie vlasov, stanovenie chloroformu v zubných pastách, stanovenie zinku a dôkaz a stanovenie kyseliny fenolsulfónovej predstavujú prvý krok v tomto smere;

keďže opatrenia ustanovené touto smernicou sú v súlade so stanoviskom Výboru pre prispôsobenie smernice 76/768/EHS technickému pokroku,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Členské štáty podniknú všetky nevyhnutné kroky, aby počas úradného testovania kozmetických výrobkov:

— odber vzoriek,

— laboratórna príprava vzoriek na analýzu,

— dôkaz a stanovenie voľného hydroxidu sodného a draselného,

— dôkaz a stanovenie kyseliny šťaveľovej a jej alkalických solí vo výrobkoch pre starostlivosť o vlasy,

— stanovenie chloroformu v zubných pastách,

— stanovenie zinku,

— dôkaz a stanovenie kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej

sa uskutočňovali v súlade s metódami opísanými v prílohe.

Článok 2

Členské štáty uvedú do platnosti zákony, iné právne predpisy a správne opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s touto smernicou do 31. decembra 1982.

Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 22. decembra 1980

Za Komisiu

Richard BURKE

člen Komisie

[1]) Ú. v. ES L 262, 27.9.1976, s. 169.
[2]) Ú. v. ES L 192, 31.7.1979, s. 35.

PRÍLOHA

I. **ODBER VZORIEK KOZMETICKÝCH VÝROBKOV**

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Tento postup opisuje postup pri odbere vzoriek kozmetických výrobkov s cieľom ich analýzy v rôznych laboratóriách.

2. DEFINÍCIE

2.1. *Základná vzorka:*

jednotkové množstvo odobraté z výrobnej dávky určenej na predaj.

2.2. *Celková vzorka:*

súhrn všetkých základných vzoriek odobratých z jednej výrobnej dávky.

2.3. *Laboratórna vzorka:*

reprezentatívna časť celkovej vzorky určená na analýzu v jednotlivých laboratóriách.

2.4. *Skúšobná vzorka:*

reprezentatívna časť laboratórnej vzorky potrebná na jednu analýzu.

2.5. *Obal:*

predmet, v ktorom je výrobok zabalený a s ktorým je v priamom kontakte.

3. POSTUP PRI ODBERE VZORIEK

3.1. Vzorky kozmetických výrobkov sa odoberajú v ich pôvodných spotrebiteľských obaloch a do analytických laboratórií sa dopravujú v neporušenom stave.

3.2. Pre kozmetické výrobky, ktoré sa uvádzajú na trh vo veľkospotrebiteľskom balení alebo do maloobchodného predaja v inom obale, než je pôvodné balenie od výrobcu, mali by byť vydané príslušné pokyny pre odber vzoriek v mieste použitia alebo predaja.

3.3. Počet základných vzoriek potrebných na prípravu laboratórnej vzorky závisí od analytickej metódy a od počtu analýz, ktoré sa majú vykonať v každom laboratóriu.

4. IDENTIFIKÁCIA VZORKY

4.1. Vzorky sa pri odbere zapečatia a identifikujú v súlade s predpismi platnými v príslušnom členskom štáte.

4.2. Každá odobratá základná vzorka sa označí nasledujúcimi údajmi:

— názov kozmetického výrobku,

— dátum, čas a miesto odberu vzorky,

— meno osoby zodpovednej za odber vzorky,

— názov orgánu dozoru.

4.3. Protokol o odbere vzoriek sa vypracuje v súlade s predpismi platnými v príslušnom členskom štáte.

5. USKLADNENIE VZORIEK

5.1. Základné vzorky sa musia uskladniť v súlade s pokynmi výrobcu uvedenými na etikete, ak sú tam uvedené.

5.2. Pokiaľ nie sú určené iné podmienky, laboratórne vzorky sa uskladnia v tme pri teplote medzi 10 °C a 25 °C.

5.3. Základné vzorky nesmú byť otvorené pred začiatkom analýzy.

II. **LABORATÓRNA PRÍPRAVA SKÚŠOBNÝCH VZORIEK**

1. VŠEOBECNE

1.1. Ak je to možné, analýza sa uskutoční s každou základnou vzorkou. Ak je základná vzorka príliš malá, mal by sa použiť minimálny počet základných vzoriek. Pred odobratím skúšobnej vzorky by sa mali základné vzorky najskôr spolu dôkladne zmiešať.

1.2. Otvorte obal v atmosfére inertného plynu, ak je to tak určené v analytickej metóde, a čo najrýchlejšie odoberte požadovaný počet skúšobných vzoriek. Analýza by mala nasledovať v čo najkratšom čase. Ak sa vzorka má ďalej uchovávať, obal by sa mal znova zapečatiť v atmosfére inertného plynu.

1.3. Kozmetické výrobky smú byť vyrobené v kvapalnom, tuhom alebo polotuhom stave. Ak sú pôvodne homogénne výrobky oddelené vo viacerých fázach, mali by sa pred odberom skúšobnej vzorky znova zhomogenizovať.

1.4. Ak sa kozmetický výrobok predáva osobitným spôsobom, v dôsledku ktorého nemôže byť spracovaný v súlade s týmito pokynmi, a ak sa neprijali žiadne ustanovenia o príslušných vhodných skúšobných metódach, môže byť použitý samostatný postup za predpokladu, že bude sformulovaný do písomnej formy ako súčasť protokolu o analýze.

2. KVAPALINY

2.1. Tieto sa môžu vyskytovať v podobe výrobkov ako olejové, alkoholové a vodné roztoky, toaletné vody, lotiony alebo mlieka a môžu byť balené vo fľaštičkách, fľašiach, ampulách alebo tubách.

2.2. **Odber skúšobnej vzorky:**

— obal sa pred otvorením intenzívne pretrepe,

— obal sa otvorí,

— s cieľom odberu skúšobnej vzorky sa na vizuálne posúdenie charakteru vzorky naleje niekoľko mililitrov kvapaliny do skúmavky,

— obal sa znova pevne uzavrie alebo

— odoberú sa vyžadované skúšobné vzorky,

— obal sa znova dôkladne uzavrie.

3. POLOTUHÉ LÁTKY

3.1. Tieto sa môžu vyskytovať v podobe výrobkov, ako sú pasty, krémy, tuhé emulzie a gély, a môžu byť balené v tubách, plastových fľašiach alebo téglikoch.

3.2. **Odber skúšobnej vzorky,** buď:

3.2.1. z obalov s úzkym hrdlom. Vytlačí sa aspoň prvý centimeter výrobku. Vytlačí sa skúšobná vzorka a obal sa ihneď znova uzavrie;

3.2.2. z obalov so širokým hrdlom. Zľahka sa rovnomerne odstráni povrchová vrstva výrobku. Po odbere skúšobnej vzorky sa obal ihneď uzatvorí.

4. TUHÉ LÁTKY

4.1. Tieto sa môžu vyskytovať v podobe výrobkov, ako sú sypké a kompaktné púdre, tyčinky, a môžu byť balené v širokom spektre obalov.

4.2. **Odber skúšobnej vzorky,** buď:

4.2.1. zo sypkého púdru – pred odzátkovaním alebo otvorením sa intenzívne pretrepe. Otvorí sa a odoberie sa skúšobná vzorka;

4.2.2. z kompaktného púdru alebo z tyčinky – rovnomerným zoškrabaním sa odstráni povrchová vrstva. Zospodu sa odoberie skúšobná vzorka.

5. VÝROBKY V OBALOCH POD TLAKOM („aerosólových rozprašovačoch“)

5.1. Tieto výrobky sú definované v článku 2 smernice Rady 75/324/EHS z 20. mája 1975 ([1]).

5.2. **Skúšobná vzorka:**

Po intenzívnom pretrepaní sa reprezentatívne množstvo obsahu aerosólového rozprašovača prenesie pomocou vhodnej spojovacej súčiastky (pozri napríklad obrázok 1; v špecifických prípadoch môže analytická metóda vyžadovať použitie iných spojovacích súčiastok) do plastom potiahnutej sklenenej fľaše (obrázok 4), vybavenej aerosólovým ventilom, ale bez ponornej trubice. Počas prenosu sa fľaša drží ventilom smerom nadol. Takýto spôsob prenosu zabezpečí, aby bol obsah jasne viditeľný, zodpovedajúc jednému zo štyroch nasledujúcich prípadov:

([1]) Ú. v. ES L 147, 9.6.1975, s. 40.

5.2.1. Aerosólový výrobok vo forme homogénneho roztoku priamo vhodného na analýzu.

5.2.2. Aerosólový výrobok pozostávajúci z dvoch kvapalných fáz. Po oddelení spodnej fázy do druhej fľaše na prenášanie vzoriek sa môže analyzovať každá fáza osobitne. V tomto prípade sa prvá fľaša na prenášanie vzoriek drží ventilom smerom nadol. V takomto prípade je zvyčajne spodná vrstva vodná a neobsahuje hnací plyn (napr. pri sústave bután/voda).

5.2.3. Aerosólový výrobok obsahujúci prášok v suspenzii. Kvapalná fáza sa môže analyzovať po odstránení prášku.

5.2.4. Výrobok v podobe peny alebo krému. Najprv sa do fľaše na prenášanie vzoriek presne naváži 5 až 10 g 2-metoxyetanolu. Táto látka potláča tvorbu peny počas odplyňovania a potom možno odstrániť hnací plyn bez straty kvapalnej zložky.

5.3. **Príslušenstvo**

Spojka – spojovacia súčiastka (obrázok 1) je vyrobená z duralu alebo z mosadze. Je skonštruovaná tak, aby prostredníctvom polyetylénového adaptéra vyhovovala rozdielnym systémom ventilov. Je uvedená ako príklad: môžu byť použité iné typy spojovacích súčiastok (pozri obrázok 2 a 3).

Vzorkovnica – fľaša na prenášanie vzoriek (obrázok 4) je vyrobená z bieleho skla, z vonkajšej strany potiahnutá ochrannou vrstvou priehľadného plastu. Má objem 50 až 100 ml. Je vybavená aerosólovým ventilom bez ponornej trubice.

5.4. **Postup**

Aby sa mohlo preniesť dostatočné množstvo vzorky, z fľaše na prenášanie vzoriek sa musí vytlačiť vzduch. Na tento účel sa cez spojovaciu súčiastku zavedie asi 10 ml difluórdichlórmetánu alebo butánu (v závislosti od toho, aký aerosólový výrobok sa bude analyzovať) a potom sa úplne odplyní, pokiaľ nevymizne kvapalná fáza, pričom vzorkovnica sa drží ventilom čo najvyššie. Odpojí sa spojovacia súčiastka. Fľaša na prenášanie vzoriek sa odváži („a“ gramov). Aerosólový rozprašovač, z ktorého sa bude odoberať vzorka, sa intenzívne pretrepe. Na ventil obalu aerosólovej vzorky (ventilom smerom nahor) sa pripojí spojovacia súčiastka, na spojovaciu súčiastku sa nasadí fľaša na prenášanie vzoriek (hrdlom smerom nadol) a stlačí sa. Fľaša na prenášanie vzoriek sa naplní približne do dvoch tretín. Ak sa v dôsledku vyrovnania tlaku prečerpávanie predčasne preruší, môže sa obnoviť ochladením fľaše na prenášanie vzoriek. Spojovacia súčiastka sa odpojí, naplnená fľaša sa odváži („b“ gramov) a určí sa hmotnosť prenesenej aerosólovej vzorky m_1 ($m_1 = b - a$).

Takto získaná vzorka môže byť použitá:

1. na bežnú chemickú analýzu;

2. na analýzu prchavých zložiek plynovou chromatografiou.

5.4.1. *Chemická analýza*

Fľaša na prenášanie vzoriek sa pridrží ventilom smerom nahor a postupuje sa takto:

— odplyní sa. Ak odplyňovacia operácia spôsobí penenie, použije sa fľaša na prenášanie vzoriek, do ktorej sa striekačkou cez spojovaciu súčiastku dopredu prenieslo presne odvážené množstvo (5 až 10 g) 2-metoxyetanolu,

— dokončí sa odstránenie prchavých súčastí bez strát pretrepávaním vo vodnom kúpeli udržovanom pri 40 °C. Spojovacia súčiastka sa odpojí,

— fľaša na prenášanie vzoriek sa znova odváži („c“ gramov), aby sa určila hmotnosť zvyšku m_2 ($m_2 = c - a$),

(*Poznámka*: Pri výpočte hmotnosti zvyšku sa odčíta hmotnosť použitého 2-metoxyetanolu.)

— fľaša na prenášanie vzoriek sa otvorí odstránením ventilu,

— celý zvyšok sa rozpustí v známom množstve vhodného rozpúšťadla,

— s alikvotnou časťou sa uskutoční požadované stanovenie.

Vzorce pre výpočet:

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

kde:

m_1 = hmotnosť aerosólu preneseného do fľaše na prenášanie vzoriek;

m_2 = hmotnosť zvyšku po zahriatí na 40 °C;

r = percentuálny podiel danej zložky v m_2 (stanovený podľa príslušnej metódy);

R = percentuálny podiel danej zložky v aerosóle (v takej podobe, ako bol prijatý);

Q = celková hmotnosť danej zložky v aerosólovom rozprašovači;

P = čistá hmotnosť pôvodného aerosólového rozprašovača (základná vzorka).

5.4.2. *Analýza prchavých zložiek plynovou chromatografiou*

5.4.2.1. Princíp

Pomocou striekačky pre plynovú chromatografiu sa z fľaše na prenášanie vzoriek odoberie potrebné množstvo vzorky. Potom sa obsah striekačky vstrekne do plynového chromatografu.

5.4.2.2. Príslušenstvo

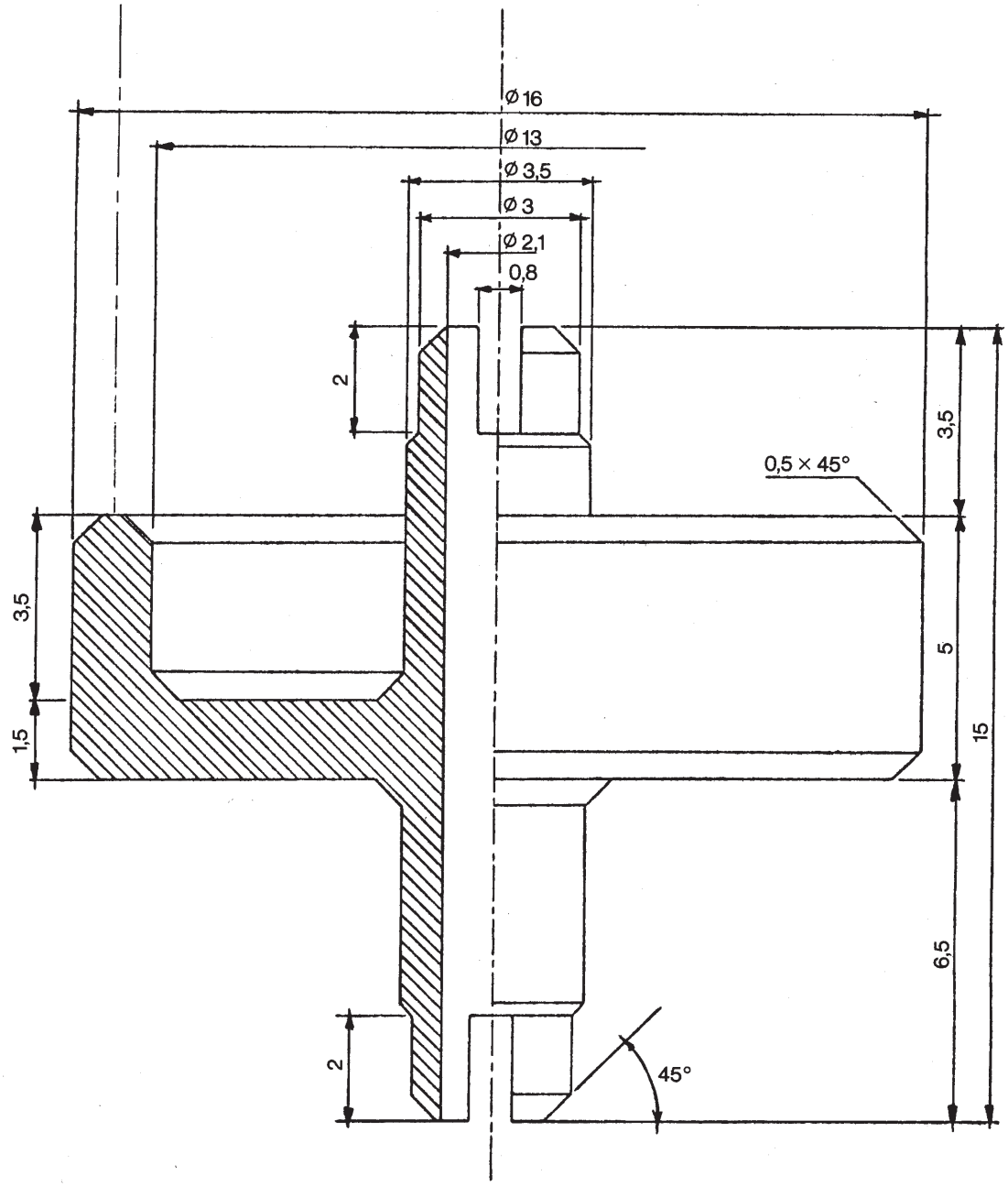
Injekčná striekačka pre plynovú chromatografiu série A2 na „presné dávkovanie vzoriek“ s objemom 25 µl alebo 50 µl (obrázok 5) alebo ekvivalent. Táto striekačka je na ihlovom konci vybavená posuvným ventilom. Striekačka sa pripája k vzorkovnici pomocou spojovacej súčiastky na fľaši a polyetylénovej hadičky (dĺžka 8 mm, vnútorný priemer 2 – 5 mm) na striekačke.

5.4.2.3. Postup

Po odobratí príslušného množstva aerosólového výrobku do fľaše na prenášanie vzoriek sa kužeľový koniec striekačky pripojí k prečerpávacej fľaši, ako je opísané v 5.4.2.2. Ventil sa otvorí a naberie sa potrebné množstvo kvapaliny. Niekoľkonásobným posúvaním piestu sa odstránia bublinky plynu (ak je to potrebné, striekačka sa ochladí). Keď striekačka obsahuje potrebné množstvo kvapaliny bez bubliniek, ventil sa uzavrie a striekačka sa odpojí od fľaše na prenášanie vzoriek. Nasadí sa ihla, striekačka sa vsunie do dávkovacieho ventilu plynového chromatografu, ventil sa otvorí a vzorka sa vstrekne.

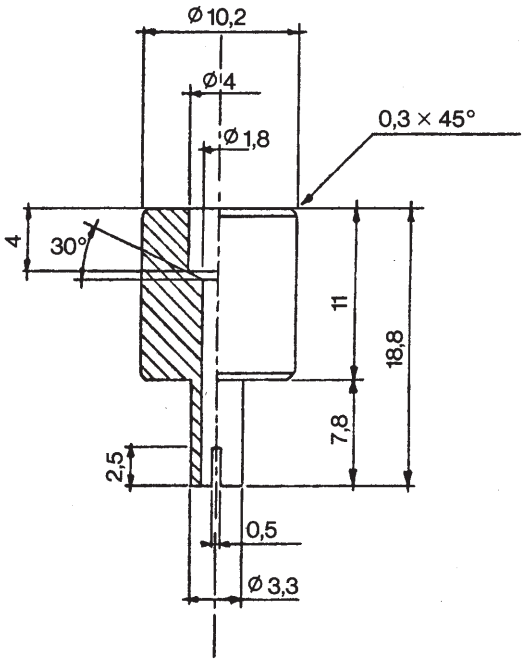
5.4.2.4. Vnútorný štandard

Ak sa vyžaduje vnútorný štandard, zavedie sa do fľaše na prenášanie vzoriek (prostredníctvom obyčajnej sklenenej striekačky s použitím spojovacej súčiastky).



Obrázok 1

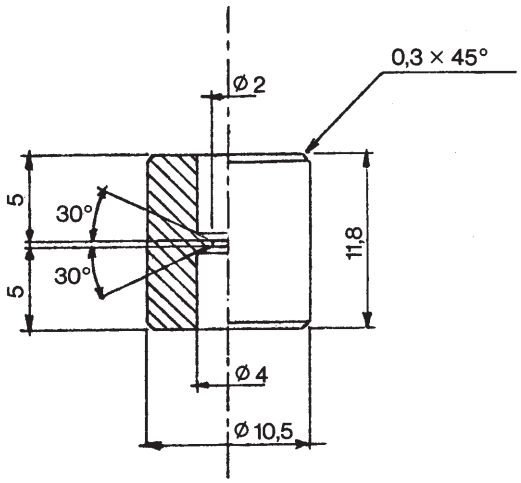
Spojka P1



Obrázok 2

Spojka M_2

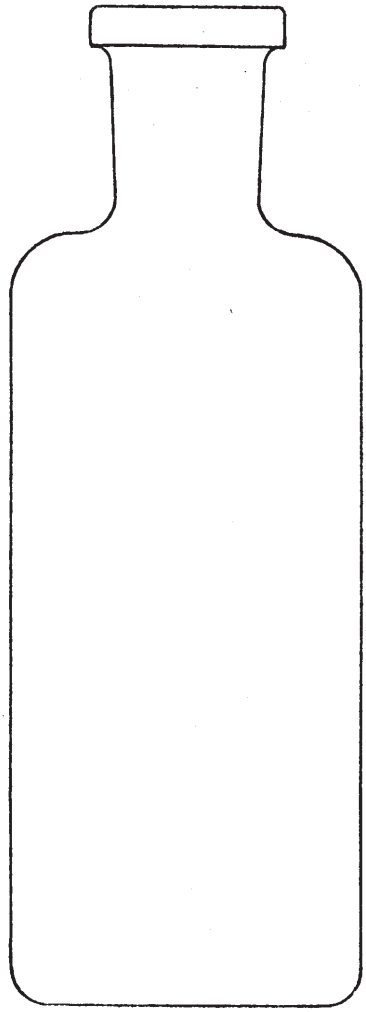
na prenos medzi vnútorným a vonkajším ventilom



Obrázok 3

Spojka M_1

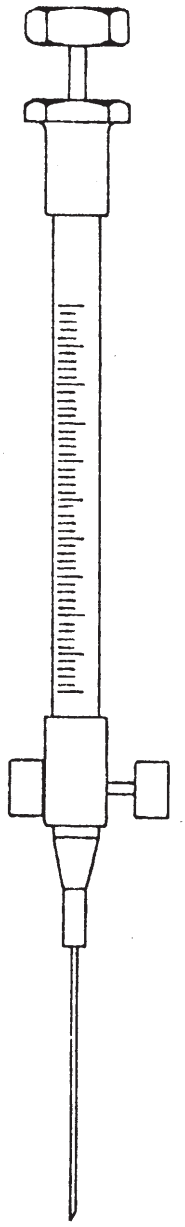
na prenos medzi vnútornými ventilmi



Obrázok 4

Vzorkovnica

s objemom 50 až 100 ml



Obrázok 5

Tlaková injekčná striekačka na plyn

III. STANOVENIE A DÔKAZ VOĽNÉHO HYDROXIDU SODNÉHO A DRASELNÉHO

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Táto metóda určuje postup na dôkaz voľného hydroxidu sodného a/alebo draselného v kozmetických výrobkoch, ktoré ho (ich) obsahujú vo významnom množstve, a na stanovenie takéhoto voľného hydroxidu sodného a/alebo draselného vo výrobkoch na narovnávanie vlasov a v prípravkoch na odstraňovanie prinechtovej kože.

2. DEFINÍCIA

Obsah voľného hydroxidu sodného a draselného je definovaný objemom štandardnej kyseliny potrebnej na neutralizáciu výrobku za určených podmienok, výsledné množstvo sa vyjadrí ako hmotnostné % voľného hydroxidu sodného.

3. PRINCÍP

Vzorka sa rozpustí alebo rozdisperguje vo vode a titruje sa štandardnou kyselinou. Súčasne s pridávaním kyseliny sa zaznamenáva hodnota pH: pre jednoduchý roztok hydroxidu sodného alebo draselného je koncový bod titrácie jednoznačne bodom maximálnej zmeny zaznamenávanej hodnoty pH.

Jednoduchá titračná krivka môže byť skreslená prítomnosťou:

a) amoniaku alebo iných slabých organických zásad, ktoré majú samy osebe pomerne plochú titračnú krivku. Amoniak sa odstráni odparením za zníženého tlaku pri laboratórnej teplote;

b) soli slabých kyselín, ktoré môžu spôsobiť, že titračná krivka má niekoľko inflexných bodov. V takýchto prípadoch len prvá časť krivky do prvého z týchto inflexných bodov zodpovedá neutralizácii hydroxidového aniónu pochádzajúceho z voľného hydroxidu sodného alebo draselného.

Alternatívny postup pre titráciu v alkohole je uvedený pre prípad, keď je pozorovaná nadmerná interferencia soľami slabých anorganických kyselín.

Hoci existuje teoretická možnosť, že by mohli byť prítomné iné rozpustné silné zásady, napr. hydroxid lítny alebo hydroxidy kvartérnych amóniových solí, ktoré by mohli spôsobiť vysoké pH, ale prítomnosť takýchto typov zásad v kozmetických výrobkov je veľmi nepravdepodobná.

4. DÔKAZ

4.1. **Činidlá**

4.1.1. Štandardný alkalický tlmivý roztok s pH 9,18 pri 25 °C: 0,05 M roztok dekahydrátu tetraboritanu sodného.

4.2. **Prístroje a pomôcky**

4.2.1. Bežné laboratórne sklo.

4.2.2. pH meter.

4.2.3. Sklenená membránová elektróda.

4.2.4. Štandardná kalomelová referenčná elektróda.

4.3. **Postup**

pH meter s elektródami sa okalibruje s použitím štandardného tlmivého roztoku.

Pripraví sa 10 % roztok vo vode alebo výrobok určený na analýzu sa rozdisperguje a prefiltruje sa. Odmeria sa pH. Ak je pH 12 alebo viac, musí sa uskutočniť kvantitatívne stanovenie.

5. STANOVENIE

5.1. **Titrácia vo vodnom prostredí**

5.1.1. *Činidlo*

5.1.1.1. Štandardná 0,1 N kyselina chlorovodíková.

5.1.2. *Prístroje a pomôcky*

5.1.2.1. Bežné laboratórne sklo.

5.1.2.2. pH meter, pokiaľ možno so zapisovačom.

5.1.2.3. Sklenená membránová elektróda.

5.1.2.4. Štandardná kalomelová referenčná elektróda.

5.1.3. *Postup*

Do 150 ml kadičky sa presne naváži medzi 0,5 a 1,0 g skúšobnej vzorky. Ak je prítomný amoniak, pridá sa niekoľko varných kamienkov, kadička sa umiestni do vákuového exsikátora, evakuuje sa pomocou vodnej vývevy, kým už nie je detekovateľný zápach amoniaku (asi tri hodiny).

Pridá sa 100 ml vody, odparok sa rozpustí alebo rozdisperguje a titruje sa 0,1 N roztokom kyseliny chlorovodíkovej (5.1.1.1) pri súčasnom zaznamenávaní zmeny hodnoty pH (5.1.2.2).

5.1.4. *Výpočet*

Na titračných krivkách sa určia inflexné body. Ak sa prvý z inflexných bodov nachádza pri pH nižšom ako 7, vzorka neobsahuje hydroxid sodný ani draselný.

Ak sú na krivke dva alebo viac inflexných bodov, iba prvý z nich je relevantný.

Zapíše sa spotreba titračného činidla po prvý inflexný bod.

Nech V predstavuje tento objem titračného činidla v ml,

M predstavuje hmotnosť skúšobnej vzorky v gramoch.

Obsah hydroxidu sodného a/alebo draselného vo vzorke vyjadrený v hmotnostných % hydroxidu sodného sa vypočíta podľa vzorca:

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

Môže nastať situácia, keď napriek náznaku o prítomnosti značného množstva hydroxidu sodného a/alebo draselného titračná krivka neposkytuje jednoznačný inflexný bod. V takom prípade by sa stanovenie malo zopakovať v izopropylalkohole.

5.2. **Titrácia v izopropylalkohole**

5.2.1. *Činidlá*

5.2.1.1. Izopropylalkohol (propán-2-ol).

5.2.1.2. Štandardný 1,0 N vodný roztok kyseliny chlorovodíkovej.

5.2.1.3. 0,1 N kyselina chlorovodíková v izopropylalkohole, pripravená tesne pred použitím zriedením štandardného 0,1 N vodného roztoku kyseliny chlorovodíkovej izopropylalkoholom.

5.2.2. *Prístroje a pomôcky*

5.2.2.1. Bežné laboratórne sklo.

5.2.2.2. pH meter, pokiaľ možno so zapisovačom.

5.2.2.3. Sklenená membránová elektróda.

5.2.2.4. Štandardná kalomelová referenčná elektróda.

5.2.3. *Postup*

Do 150 ml kadičky sa presne naváži medzi 0,5 a 1,0 g skúšobnej vzorky. Ak je prítomný amoniak, pridá sa niekoľko varných kamienkov, kadička sa umiestni do vákuového exsikátora, evakuuje sa pomocou vodnej vývevy až do detekovateľného zápachu amoniaku (asi tri hodiny).

Pridá sa 100 ml izopropylalkoholu, odparok sa rozpustí alebo rozdisperguje a titruje sa 0,1 N kyselinou chlorovodíkovou v izopropylalkohole (5.2.1.3) pri súčasnom zaznamenávaní zmeny zdanlivého pH (5.1.2.2).

5.2.4. *Výpočet*

Ako v 5.1.4. Prvý inflexný bod je pri zdanlivom pH okolo 9.

5.3. **Opakovateľnosť** [1]

Pri obsahu hydroxidu sodného alebo draselného v rozmedzí okolo 5 hmotnostných % ako hydroxid sodný by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť v absolútnej hodnote 0,25 %.

[1] Pozri ISO/DIS 5725.

IV. **DÔKAZ A STANOVENIE KYSELINY ŠŤAVEĽOVEJ A JEJ ALKALICKÝCH SOLÍ VO VÝROBKOCH NA STAROSTLIVOSŤ O VLASY**

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Nižšie opísaná metóda je vhodná na stanovenie a dôkaz kyseliny šťaveľovej a jej alkalických solí vo výrobkov určených na starostlivosť o vlasy. Môže byť použitá pri bezfarebných vodných/alkoholických roztokoch a lotionoch, ktoré obsahujú okolo 5 % kyseliny šťaveľovej alebo ekvivalentné množstvo alkalických šťaveľanov.

2. DEFINÍCIA

Obsah kyseliny šťaveľovej a/alebo jej alkalických solí stanovený touto metódou sa vyjadrí ako hmotnostné % (hmotn.) voľnej kyseliny šťaveľovej vo vzorke.

3. PRINCÍP

Po odstránení všetkých prítomných aniónových povrchovo aktívnych látok s hydrochloridom p-toluidínu sa kyselina šťaveľová a/alebo šťaveľany vyzrážajú ako šťaveľan vápenatý, po čom sa roztok prefiltruje. Zrazenina sa rozpustí v kyseline sírovej a titruje sa manganistanom draselným.

4. ČINIDLÁ

Všetky činidlá by mali byť analyticky čisté

4.1. 5 % (hmotn.) roztok octanu amónneho.

4.2. 10 % (hmotn.) roztok chloridu vápenatého.

4.3. 95 % (obj.) etanol.

4.4. Chlorid uhličitý.

4.5. Dietyléter.

4.6. 6,8 % (hmotn.) roztok dihydrochloridu p-toluidínu.

4.7. 0,1 N roztok manganistanu draselného.

4.8. 20 % (hmotn.) kyselina sírová.

4.9. 10 % (hmotn.) kyselina chlorovodíková.

4.10. Trihydrát octanu sodného.

4.11. Ľadová kyselina octová.

4.12. Kyselina sírová (1: 1).

4.13. Nasýtený roztok hydroxidu bárnatého.

5. PRÍSTROJE A POMÔCKY

5.1. Oddeľovacie lieviky, 500 ml.

5.2. Kadičky, 50 ml a 600 ml.

5.3. Sklenené filtračné tégliky, G-4.

5.4. Odmerné valce, 25 ml a 100 ml.

5.5. Pipety, 10 ml.

5.6. Odsávacie banky, 500 ml.

5.7. Vodná výveva.

5.8. Teplomer delený od 0 do 100 °C.

5.9. Magnetické miešadlo s vyhrievacím telesom.

5.10. Magnetické miešadielko, potiahnuté teflónom.

5.11. Byreta, 25 ml.

5.12. Kužeľovité banky, 250 ml.

6. POSTUP

6.1. Do 50 ml kadičky sa naváži okolo 6 až 7 g vzorky, pH sa upraví zriedenou kyselinou chlorovodíkovou (4.9) na 3 a spláchne sa 100 ml destilovanej vody do oddeľovacieho lievika. Jeden po druhom sa pridá 25 ml etanolu (4.3), 25 ml roztoku dihydrochloridu p-toluidínu (4.6) a 25 až 30 ml chloridu uhličitého (4.4) a zmes sa intenzívne pretrepe.

6.2. Po oddelení fáz sa odpustí spodná (organická) fáza, s použitím činidiel uvedených v 6.1 sa zopakuje extrakcia a znova sa odpustí organická fáza.

6.3. Vodný roztok sa zmyje do 600 ml kadičky a stále prítomný zvyšok chloridu uhličitého sa odstráni prevarením roztoku.

6.4. Pridá sa 50 ml roztoku octanu amónneho (4.1), roztok sa zahreje do varu (5.9) a za miešania sa do roztoku vo vare pridá 10 ml horúceho roztoku chloridu vápenatého (4.2); zrazenina sa nechá usadiť.

6.5. Pridaním niekoľkých kvapiek roztoku chloridu vápenatého (4.2) sa overí, či je vyzrážanie úplné, nechá sa ochladiť na laboratórnu teplotu a potom sa za miešania (5.10) pridá 200 ml etanolu (4.3); nechá sa stáť 30 minút.

6.6. Prefiltruje sa cez sklenený filtračný téglik (5.3), zrazenina sa prenesie malým množstvom horúcej vody (50 °C až 60 °C) na filter téglika a zrazenina sa premyje studenou vodou.

6.7. Zrazenina sa päťkrát premyje malým množstvom etanolu (4.3), potom päťkrát malým množstvom dietyléteru (4.5) a zrazenina sa rozpustí v 50 ml horúcej kyseliny sírovej (4.8) presatím kyseliny cez filter téglika za zníženého tlaku.

6.8. Roztok sa kvantitatívne prenesie do kužeľovitej banky (5.11) a titruje sa roztokom manganistanu draselného (4.7), kým sa nesfarbí na slaboružovo.

7. VÝPOČET

Obsah vzorky vyjadrený ako hmotnostné percentá kyseliny šťaveľovej sa vypočíta zo vzorca:

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

v ktorom:

A je spotreba 0,1 N roztoku manganistanu draselného zistená v súlade so 6.8;

E je množstvo skúšobnej vzorky v gramoch (6.1);

4,50179 je prepočítavací faktor pre kyselinu šťaveľovú.

8. OPAKOVATEĽNOSŤ ([1])

Pri obsahu kyseliny šťaveľovej okolo 5 % by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť v absolútnej hodnote 0,15 %.

9. DÔKAZ

9.1. **Princíp**

Kyselina šťaveľová a/alebo šťaveľany sa vyzrážajú ako šťaveľan vápenatý a ten sa rozpustí v kyseline sírovej. Do roztoku sa pridá malé množstvo manganistanu draselného, ktorý sa odfarbuje a spôsobuje vznik oxidu uhličitého. Keď sa vznikajúci oxid uhličitý prepúšťa cez roztok hydroxidu bárnatého, vzniká biela zrazenina (mliečny zákal) uhličitanu bárnatého.

9.2. **Postup**

9.2.1. Skúšobná vzorka určená na analýzu sa spracuje podľa postupu v oddieloch 6.1 až 6.3; tým sa odstránia akékoľvek prítomné detergenty.

9.2.2. Približne k 10 ml roztoku získaného podľa 9.2.1 sa pridá za špičku špachtle octanu sodného (4.10) a roztok sa okyslí niekoľkými kvapkami ľadovej kyseliny octovej (4.11).

9.2.3. Pridá sa 10 % roztok chloridu vápenatého (4.2) a prefiltruje sa. Šťaveľan vápenatý sa rozpustí v 2 ml kyseliny sírovej (1: 1) (4.12).

9.2.4. Roztok sa prenesie do skúmavky a po kvapkách sa pridá asi 0,5 ml 0,1 N roztoku manganistanu draselného (4.7). Ak sú prítomné šťaveľany, roztok sa odfarbuje najskôr pomaly a potom rýchlo.

9.2.5. Ihneď po pridaní manganistanu draselného sa skúmavka uzavrie vhodnou zátkou so sklenenou trubičkou, obsah sa mierne zahrieva a vznikajúci oxid uhličitý sa zachytáva do nasýteného roztoku hydroxidu bárnatého (4.13). Objavenie sa mliečneho zákalu uhličitanu bárnatého do troch až piatich minút je dôkazom prítomnosti kyseliny šťaveľovej.

([1]) Pozri ISO/DIS 5725.

V. **STANOVENIE CHLOROFORMU V ZUBNÝCH PASTÁCH**

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Táto metóda sa používa na stanovenie chloroformu v zubných pastách plynovou chromatografiou. Táto metóda je vhodná na stanovenie chloroformu s úrovňami obsahu 5 % a menej.

2. DEFINÍCIA

Obsah chloroformu stanovený touto metódou sa vyjadrí v hmotnostných percentách výrobku.

3. PRINCÍP

Zubná pasta sa suspenduje v zmesi dimetylformamid/metanol, do ktorej sa pridá známe množstvo acetonitrilu ako vnútorného štandardu. Po odstredení na centrifúge sa časť kvapalnej fázy podrobí plynovej chromatografii a vypočíta sa obsah chloroformu.

4. ČINIDLÁ

Všetky činidlá by mali byť analyticky čisté.

4.1. Porapak Q, Chromosorb 101 alebo ekvivalent, 80 až 100 meš.

4.2. Acetonitril.

4.3. Chloroform.

4.4. Dimetylformamid.

4.5. Metanol.

4.6. Roztok vnútorného štandardu.

Do 50 ml odmernej banky sa napipetuje 5 ml dimetylformamidu (4.4) a pridá sa asi 300 mg (M mg) presne odváženého acetonitrilu. Doplní sa po značku dimetylformamidom a premieša sa.

4.7. Roztok na stanovenie relatívneho odozvového faktora. Do 10 ml odmernej banky sa napipetuje presne 5 ml roztoku vnútorného štandardu (4.6) a pridá sa asi 300 mg (M_1 mg) presne odváženého chloroformu. Doplní sa dimetylformamidom po značku a premieša sa.

5. PRÍSTROJE A POMÔCKY

5.1. Analytické váhy.

5.2. Plynový chromatograf s plameňovo-ionizačným detektorom.

5.3. Mikrostriekačky s objemom 5 až 10 µl, delené po 0,1 µl.

5.4. Nedelené pipety s objemom 1, 4 a 5 ml.

5.5. Odmerné banky, 10 a 50 ml.

5.6. Skúmavky, približne 20 ml, so skrutkovacími uzávermi, Sovirel France č. 20 alebo ekvivalent. Skrutkovací uzáver má vnútornú tesniacu platničku pokrytú z jednej strany teflónom.

5.7. Centrifúga.

6. POSTUP

6.1. **Vhodné podmienky pre plynovú chromatografiu**

6.1.1. Materiál kolóny: sklo,

dĺžka: 150 cm,

vnútorný priemer: 4 mm,

vonkajší priemer: 6 mm.

6.1.2. Kolóna sa naplní Porapakom Q, Chromosorbom 101 alebo ekvivalentom, 80 až 100 meš (4.1), upraveného kyselinou, naplnená pomocou vibrátora.

6.1.3. Detektor, plameňovo-ionizačný: citlivosť sa nastaví tak, aby výška píku acetonitrilu, keď sa nastreknú 3 µl roztoku 4.7, bola okolo troch štvrtín maximálnej výchylky.

6.1.4. *Plyny:*

Nosný: dusík, prietoková rýchlosť 65 ml/min.

Pomocný: prietok plynov do detektora sa nastaví tak, že prietok vzduchu alebo kyslíka je päť- až desaťkrát väčší ako prietok vodíka.

6.1.5. *Teplota:*

dávkovací ventil	210 °C,
detektor	210 °C,
kolónová pec	175 °C.

6.1.6. *Rýchlosť zapisovača:*

okolo 100 cm za hodinu.

6.2. **Príprava vzorky**

Z neotvorenej tuby sa odoberie vzorka na analýzu. Odstráni sa jedna tretina obsahu, vymení sa uzáver na tube, starostlivo sa premieša v tube a potom sa odoberie skúšobná vzorka.

6.3. **Stanovenie**

6.3.1. Do skúmavky so skrutkovacím uzáverom (5.6) sa s presnosťou na 10 mg naváži 6 až 7 g (M_0 g) zubnej pasty pripravenej v súlade s oddielom 6.2 a pridajú sa tri malé sklenené guľôčky.

6.3.2. Do skúmavky sa napipetuje presne 5 ml roztoku vnútorného štandardu (4.6), 4 ml dimetylformamidu (4.4) a 1 ml metanolu (4.5), skúmavka sa uzavrie a premieša sa.

6.3.3. Pretrepáva sa pol hodiny na mechanickej trepačke a uzavretá skúmavka sa odstreďuje 15 minút na centrifúge pri takej rýchlosti, ktorá spôsobí úplnú separáciu fáz.

Poznámka: Niekedy sa môže stať, že kvapalná fáza aj po odstreďovaní na centrifúge ostáva stále zakalená. Určité vylepšenie sa môže dosiahnuť pridaním 1 až 2 g chloridu sodného do kvapalnej fázy, nechá sa usadiť a znova sa odstredí na centrifúge.

6.3.4. Za podmienok opísaných v oddiele 6.1 sa nastreknú 3 µl tohto roztoku (6.3.3). Táto operácia sa zopakuje. Za vyššie opísaných podmienok môžu byť pre usmernenie uvedené nasledujúce retenčné časy:

metanol	približne jedna minúta
acetonitril	približne 2,5 minúty
chloroform	približne šesť minút
dimetylformamid	> 15 minút

6.3.5. *Stanovenie relatívneho odozvového faktora*

Pre stanovenie tohto faktora sa nastreknú 3 µl roztoku 4.7. Táto operácia sa zopakuje. Relatívny odozvový faktor sa stanovuje denne.

7. VÝPOČTY

7.1. **Výpočet relatívnej odozvy**

7.1.1. Zmeria sa výška a šírka v polovičnej výške pre píky acetonitrilu a chloroformu a vypočíta sa plocha oboch píkov s použitím vzorca: výška × šírka v polovičnej výške.

7.1.2. Stanoví sa plocha píkov acetonitrilu a chloroformu v chromatogramoch získaných v súlade s oddielom 6.3.5 a pomocou nasledujúceho vzorca sa vypočíta relatívna odozva f_s:

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

v ktorom:

f_s = relatívny odozvový faktor pre chloroform;

As = plocha píku chloroformu (6.3.5);

Ai = plocha píku acetonitrilu (6.3.5);

Ms = množstvo chloroformu v mg na 10 ml roztoku uvedeného v oddiele 6.3.5 (= M_1);

Mi = množstvo acetonitrilu v mg na 10 ml roztoku uvedeného v oddiele 6.3.5 (= 1/10 M).

Z odčítaných hodnôt sa vypočíta priemerná hodnota.

7.2. **Výpočet obsahu chloroformu**

7.2.1. Z chromatogramov získaných v oddiele 6.3.4 sa v súlade s bodom 7.1.1 vypočíta plocha píku chloroformu a acetonitrilu.

7.2.2. Obsah chloroformu v zubnej paste sa vypočíta pomocou nasledujúceho vzorca:

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

v ktorom:

% X = obsah chloroformu v zubnej paste vyjadrený v hmotnostných percentách;

As = plocha píku chloroformu (6.3.4);

Ai = plocha píku acetonitrilu (6.3.4);

M_{sx} = množstvo vzorky uvedenej v oddiele 6.3.1 v mg (= 1 000 M_0);

Mi = množstvo acetonitrilu v mg na 10 ml roztoku pripraveného v súlade s oddielom 6.3.2 (= 1/10 M).

Zo zistených hladín úrovne obsahu sa s presnosťou na 0,1 % vypočíta priemerná hodnota.

8. OPAKOVATEĽNOSŤ [1]

Pri obsahu chloroformu okolo 3 % by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť v absolútnej hodnote 0,3 %.

VI. **STANOVENIE ZINKU**

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Táto metóda je vhodná na stanovenie zinku prítomného ako chlorid, síran alebo 4-hydroxybenzénsulfonát, alebo ako zmes niekoľkých týchto zinočnatých solí v kozmetických výrobkoch.

2. DEFINÍCIA

Obsah zinku vo vzorke sa stanoví gravimetricky ako bis(2-metyl-8-chinolyloxid) a vyjadrí sa v hmotnostných percentách zinku vo vzorke.

3. PRINCÍP

Zinok prítomný vo vzorke sa vyzráža v kyslom prostredí ako bis(2-metyl-8-chinolyloxid) zinočnatý. Po odfiltrovaní sa zrazenina vysuší a odváži.

4. ČINIDLÁ

Všetky činidlá by mali byť analyticky čisté.

4.1. 25 % (hmotn.) koncentrovaný roztok amoniaku; d $\frac{20}{4} = 0 \cdot 91$

4.2. Ľadová kyselina octová.

4.3. Octan amónny.

4.4. 2-metylchinolín-8-ol.

4.5. 6 % (hmotn.) roztok amoniaku.

240 g koncentrovaného amoniaku (4.1) sa prenesie do 1 000 ml odmernej banky, doplní sa destilovanou vodou po značku a premieša sa.

4.6. 0,2 M roztok octanu amónneho.

15,4 g octanu amónneho (4.3) sa rozpustí v destilovanej vode, doplní sa v 1 000 ml odmernej banke po značku a premieša sa.

4.7. Roztok 2-metylchinolín-8-olu.

5 g 2-metylchinolín-8-olu sa rozpustí v 12 ml ľadovej kyseliny octovej a destilovanou vodou sa prenesie do 100 ml odmernej banky. Doplní sa destilovanou vodou po značku a premieša sa.

5. PRÍSTROJE A POMÔCKY

5.1. Odmerné banky, 100 a 1 000 ml.

5.2. Kadičky, 400 ml.

5.3. Odmerné valce, 50 a 150 ml.

5.4. Delené pipety, 10 ml.

[1] Pozri ISO/DIS 5725.

5.5. Sklenené filtračné tégliky, G-4.

5.6. Vákuové banky, 500 ml.

5.7. Vodná výveva.

5.8. Teplomer delený od 0 °C do 100 °C.

5.9. Exsikátor s vhodným sušidlom a indikátorom vlhkosti, napr. silikagél alebo ekvivalent.

5.10. Sušička s reguláciou teploty na 150 ± 2 °C.

5.11. pH meter.

5.12. Vyhrievacia platňa.

6. POSTUP

6.1. Do 400 ml kadičky sa naváži 5 až 10 g (M gramov) vzorky určenej na analýzu, obsahujúcej približne 50 až 100 mg zinku, pridá sa 50 ml destilovanej vody a premieša sa.

6.2. Na každých 10 mg zinku prítomného v roztoku (6.1) sa pridajú 2 ml roztoku 2-metylchinolín-8-olu (4.7) a premieša sa.

6.3. Zmes sa zriedi 150 ml destilovanej vody, zmes sa zahreje na teplotu 60 °C (5.12) a za stáleho miešania sa pridá 45 ml 0,2 M roztoku octanu amónneho (4.6).

6.4. pH roztoku sa upraví za stáleho miešania 6 % (hmotn.) roztokom amoniaku (4.5) na 5,7 až 5,9; na meranie pH roztoku sa použije pH meter.

6.5. Roztok sa nechá stáť 30 minút. Prefiltruje sa pomocou vodnej vývevy cez G-4 filter téglika, ktorý bol vopred vysušený (150 °C) a po ochladení odvážený (M_0 gramov); zrazenina sa premyje 150 ml 95 °C destilovanej vody.

6.6. Téglik sa umiestni do sušičky nastavenej na 150 °C a suší sa jednu hodinu.

6.7. Téglik sa vyberie zo sušičky, umiestni sa do exsikátora (5.9) a po ochladení na laboratórnu teplotu sa určí jej hmotnosť (M_1 gramov).

7. VÝPOČTY

Obsah zinku vo vzorke v hmotnostných percentách (% hmotn.) sa vypočíta pomocou nasledujúceho vzorca

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

v ktorom:

M = hmotnosť vzorky odobratej v súlade s 6.1 v gramoch;

M_0 = hmotnosť prázdneho a suchého téglika s filtrom (6.5) v gramoch;

M_1 = hmotnosť téglika s filtrom a zrazeninou (6.7) v gramoch.

8. OPAKOVATEĽNOSŤ ([1])

Pri obsahu zinku okolo 1 % (hmotn.) by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť v absolútnej hodnote 0,1 %.

VII. **STANOVENIE A DÔKAZ KYSELINY 4-HYDROXYBENZÉNSULFÓNOVEJ**

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Táto metóda je vhodná na dôkaz a stanovenie kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej v kozmetických výrobkoch, ako sú aerosóly a pleťové lotiony.

2. DEFINÍCIA

Obsah kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej stanovený v súlade s touto metódou sa vyjadrí v hmotnostných percentách bezvodého zinkium-4-hydroxybenzénsulfonátu vo výrobku.

([1]) ISO/DIS 5725.

3. PRINCÍP

Skúšobná vzorka sa zahustí za zníženého tlaku, rozpustí sa vo vode a prečistí sa extrakciou chloroformom. Stanovenie kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej sa uskutoční jodometricky na alikvotnej časti prefiltrovaného vodného roztoku.

4. ČINIDLÁ

Všetky činidlá by mali byť analyticky čisté.

4.1. 36 % (hmotn.) koncentrovaná kyselina chlorovodíková $\left(\mathrm{d}\ \frac{20}{4} = 1 \cdot 18\right)$

4.2. Chloroform.

4.3. Bután-1-ol.

4.4. Ľadová kyselina octová.

4.5. Jodid draselný.

4.6. Bromid draselný.

4.7. Uhličitan sodný.

4.8. Kyselina sulfanilová.

4.9. Dusitan sodný.

4.10. 0,1 N roztok bromičnanu draselného.

4.11. 0,1 N roztok tiosíranu sodného.

4.12. 1 % (hmotn.) vodný roztok škrobu.

4.13. 2 % (hmotn.) vodný roztok uhličitanu sodného.

4.14. 4,5 % (hmotn.) vodný roztok dusitanu sodného.

4.15. 0,05 % (hmotn.) roztok ditizónu v chloroforme.

4.16. Vyvíjacie rozpúšťadlo: bután-1-ol/ľadová kyselina octová/voda (4: 1: 5, objemové diely); po zmiešaní v oddeľovacom lieviku sa odstráni dolná fáza.

4.17. Paulyho činidlo

4,5 g kyseliny sulfanilovej (4.8) sa za zahrievania rozpustí v 45 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej (4.1) a roztok sa zriedi vodou do 500 ml. 10 ml roztoku sa ochladí v nádobe s ľadovou vodou a za stáleho miešania sa pridá 10 ml ochladeného roztoku dusitanu sodného (4.14). Roztok sa nechá stáť 15 minút pri 0 °C (pri tejto teplote ostáva roztok stabilný jeden až tri dni) a tesne pred rozprášením (7.5) sa pridá 20 ml roztoku uhličitanu sodného (4.13).

4.18. Hotové celulózové platne pre tenkovrstvovú chromatografiu; rozmery 20 × 20 cm, hrúbka vrstvy adsorbentu 0,25 mm.

5. PRÍSTROJE A POMÔCKY

5.1. Banky s guľatým dnom so zábrusovou sklenenou zátkou, 100 ml.

5.2. Oddeľovací lievik, 100 ml.

5.3. Kužeľovitá banka so zábrusovou sklenenou zátkou, 250 ml.

5.4. Byreta, 25 ml.

5.5. Nedelené pipety, 1, 2 a 10 ml.

5.6. Delená pipeta, 5 ml.

5.7. Mikrostriekačka, 10 µl, delená po 0,1 µl.

5.8. Teplomer delený od 0 °C do 100 °C.

5.9. Vodný kúpeľ vybavený vyhrievacím telesom.

5.10. Sušička s dobrým vetraním, nastaviteľná na 80 °C.

5.11. Bežná aparatúra na uskutočnenie tenkovrstvovej chromatografie.

6. PRÍPRAVA VZORKY

Pri nižšie opísanej metóde na dôkaz a stanovenie kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej v aerosóloch sa použije zvyšok získaný uvoľnením tých rozpúšťadiel a hnacích plynov z aerosólu, ktoré sa môžu odpariť za normálneho tlaku.

7. DÔKAZ

7.1. Pomocou mikrostriekačky (5.7) sa na každý zo šiestich bodov na čiare štartu vo vzdialenosti 1 cm od spodného okraja tenkovrstvovej platne (4.18) nanesie po 5 µl odparku (6) alebo vzorky.

7.2. Platňa sa umiestni do vyvíjacej komory, ktorá už obsahuje vyvíjacie rozpúšťadlo (4.16), a vyvíja sa, kým čelo rozpúšťadla nedosiahne 15 cm od čiary štartu.

7.3. Platňa sa vyberie z kúpeľa a vysuší sa pri 80 °C dovtedy, kým už nie sú vnímateľné pary kyseliny octovej. Platňa sa postrieka roztokom uhličitanu sodného (4.13) a vysuší sa na vzduchu.

7.4. Jedna polovica platne sa prikryje sklenenou platňou a neprikrytá časť sa postrieka 0,05 % roztokom ditizónu (4.15). Objavenie sa fialovkasto červených škvŕn na chromatograme je dôkazom prítomnosti zinočnatých iónov.

7.5. Postriekaná polovica platne sa prikryje sklenenou platňou a druhá polovica sa postrieka Paulyho činidlom (4.17). Dôkazom prítomnosti kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej je objavenie sa žltkasto hnedých škvŕn s R_F hodnotou okolo 0,26, zatiaľ čo žlté škvrny s R_F hodnotou okolo 0,45 na chromatograme sú dôkazom prítomnosti kyseliny 3-hydroxybenzénsulfónovej.

8. STANOVENIE

8.1. Do 100 ml banky s guľatým dnom sa naváži 10 g vzorky alebo zvyšku (6) a odparí sa takmer do sucha na vodnom kúpeli vyhriatom na 40 °C za vákua na rotačnom vákuovom odparovači.

8.2. Do banky sa napipetuje 10,0 ml (V_1 ml) vody a zvyšok po odparení (8.1) sa za zahrievania rozpustí.

8.3. Roztok sa kvantitatívne prenesie do oddeľovacieho lievika (5.2) a vodný roztok sa extrahuje dvakrát 20 ml dávkami chloroformu (4.2). Chloroformová fáza sa po každej extrakcii odstráni.

8.4. Vodný roztok sa prefiltruje cez skladaný filter. V závislosti od očakávaného obsahu kyseliny hydroxybenzénsulfónovej sa do 250 ml kužeľovitej banky (5.3) napipetuje 1,0 až 2,0 ml (V_2) filtrátu a zriedi sa do 75 ml vodou.

8.5. Pridá sa 2,5 ml 36 % kyseliny chlorovodíkovej (4.1) a 2,5 g bromidu draselného (4.6), premieša sa a roztok sa na vodnom kúpeli zahreje na teplotu 50 °C.

8.6. Z byrety sa pridáva 0,1 N roztok bromičnanu draselného (4.10), kým sa roztok zahriaty na 50 °C nesfarbí nažlto.

8.7. Pridajú sa ďalšie 3,0 ml roztoku bromičnanu draselného (4.10), banka sa zazátkuje a nechá sa stáť 10 minút na vodnom kúpeli pri 50 °C.

Ak roztok po 10 minútach stratí sfarbenie, pridajú sa ďalšie 2,0 ml roztoku bromičnanu draselného (4.10), banka sa zazátkuje a zahrieva sa 10 minút na vodnom kúpeli zahriatom na 50 °C. Zaznamená sa celkové množstvo pridaného roztoku bromičnanu draselného a).

8.8. Roztok sa ochladí na laboratórnu teplotu, pridajú sa 2,0 g jodidu draselného (4.5) a premieša sa.

8.9. Vzniknutý jód sa titruje 0,1 N roztokom tiosíranu sodného (4.11). Pred koncom titrácie sa pridá niekoľko kvapiek roztoku škrobu (4.12) ako indikátor. Zaznamená sa spotrebované množstvo roztoku tiosíranu sodného b).

9. VÝPOČET

Obsah zinkium-hydroxybenzénsulfonátu vo vzorke alebo vo zvyšku (6) v hmotnostných percentách (% hmotn.) sa vypočíta pomocou nasledujúceho vzorca:

$$\text{hmotn. \% zinkium-hydroxybenzénsulfonátu} = \frac{(a - b) \times V_1 \times 0{,}00514 \times 100}{m \times V_2},$$

v ktorom:

a = celkové množstvo pridaného 0,1 N roztoku bromičnanu draselného v mililitroch,

b = množstvo 0,1 N roztoku tiosíranu sodného spotrebovaného na spätnú titráciu (8.9), v mililitroch,

m = množstvo analyzovaného výrobku alebo odparku (8.1), vyjadrené v miligramoch,

V_1 = objem roztoku získaného v súlade s 8.2, vyjadrený v mililitroch,

V_2 = objem rozpusteného zvyšku po odparení, použitého na analýzu (8.4), vyjadrený v mililitroch.

Poznámka: v prípade aerosólov sa nameraný výsledok v % (hmotn.) odparku (6) musí vyjadriť vzhľadom na pôvodný výrobok. S cieľom tohto prepočtu sa uvedie odkaz na odber vzoriek z aerosólov.

10. OPAKOVATEĽNOSŤ [1]

Pri obsahu zinkium-hydroxybenzénsulfonátu okolo 5 % by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť absolútnu hodnotu 0,5 %.

11. INTERPRETÁCIA VÝSLEDKOV

Podľa smernice Rady 76/768/EHS vzťahujúcej sa na kozmetické výrobky je maximálny povolený obsah zinkium-4-hydroxybenzénsulfonátu v pleťových lotionoch a dezodorantoch 6 % (hmotn.). Toto vyjadrenie znamená, že popri obsahu kyseliny hydroxybenzénsulfónovej sa musí stanoviť obsah zinku. Vynásobenie vypočítaného obsahu zinkium-hydroxybenzénsulfonátu (9) faktorom 0,1588 dáva minimálny obsah zinku v % (hmotn.), ktorý musí byť teoreticky prítomný vo výrobku vzhľadom na stanovený obsah kyseliny hydroxybenzénsulfónovej. Skutočný obsah zinku stanovený gravimetricky (pozri príslušné predpisy) však môže byť vyšší, pretože v kozmetických výrobkoch môže byť použitý aj chlorid zinočnatý a síran zinočnatý.

[1] Pozri ISO/DIS 5725.