31980L1335

PRIMA DIRECTIVĂ A COMISIEI
din 22 Decembrie 1980
privind apropierea legislației statelor membre cu privire la metodele de analiză necesare pentru verificarea compoziției produselor cosmetice

(80/1335/CEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Economice Europene,

având în vedere Directiva 76/768/CEE a Consiliului din 27 iulie 1976 privind apropierea legislației statelor membre cu privire la produsele cosmetice ([1]), modificată de Directiva 79/661/CEE ([2]), în special articolul 8 alineatul (1),

întrucât Directiva 76/768/CEE prevede testarea oficială a produselor cosmetice cu scopul constatării îndeplinirii condițiilor prescrise în conformitate cu dispozițiile Comunității privitoare la produsele cosmetice;

întrucât toate metodele de analiză necesare trebuie stabilite cât mai curând posibil; întrucât stabilirea metodelor pentru prelevarea de probe, pregătirea de laborator, identificarea și determinarea hidroxizilor de sodiu și de potasiu liberi, identificarea și determinarea acidului oxalic și a sărurilor sale alcaline din produsele pentru îngrijirea părului, determinarea cloroformului în pasta de dinți și determinarea zincului, precum și identificarea și determinarea acidului fenolsulfonic constituie un prim pas în această direcție;

întrucât măsurile stabilite de prezenta directivă sunt în conformitate cu avizul Comitetului privind adaptarea Directivei 76/768/CEE la progresul tehnic,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

Articolul 1

Statele membre adoptă toate măsurile necesare pentru a asigura la testarea oficială a produselor cosmetice:

— prelevarea probelor;

— pregătirea în laborator a probelor testate;

— identificarea și determinarea hidroxizilor de sodiu și de potasiu liberi;

— identificarea și determinarea acidului oxalic și a sărurilor sale alcaline prezente în produsele pentru îngrijirea părului;

— determinarea cloroformului în pasta de dinți;

— determinarea zincului;

— identificarea și determinarea acidului fenolsulfonic

se efectuează în conformitate cu metodele descrise în anexă.

Articolul 2

Statele membre pun în aplicare actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive până la 31 Decembrie 1982.

Statele membre informează de îndată Comisia cu privire la aceasta.

Articolul 3

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 22 decembrie 1980.

Pentru Comisie

Richard BURKE

Membru al Comisiei

([1]) JO L 262, 27.9.1976, p. 169.
([2]) JO L 192, 31.7.1979, p. 35.

ANEXĂ

I. **PRELEVAREA PROBELOR DE PRODUSE COSMETICE**

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Procedura de prelevare a probelor de produse cosmetice este descrisă având în vedere analiza lor în diverse laboratoare.

2. DEFINIȚII

2.1. *Probă elementară:*

o unitate luată dintr-un lot oferit spre vânzare.

2.2. *Probă totală:*

suma tuturor probelor elementare prelevate din același lot.

2.3. *Probă de laborator:*

o fracție reprezentativă din proba totală care urmează să fie analizată în laboratoare individuale.

2.4. *Porțiunea analizată:*

o porțiune reprezentativă din proba de laborator care este necesară pentru o analiză.

2.5. *Recipient:*

Articolul care conține produsul și este într-un contact direct și continuu cu el.

3. PROCEDURĂ DE PRELEVARE

3.1. Probele de produse cosmetice se prelevează în recipientele lor originale și se trimit nedeschise la laboratoarele de analiză.

3.2. Pentru produsele cosmetice care sunt puse pe piață în vrac sau vândute cu amănuntul în recipiente diferite de cele originale ale fabricantului, trebuie emise instrucțiuni adecvate pentru prelevarea probelor la locul utilizării sau vânzării.

3.3. Numărul de probe elementare necesar pentru pregătirea probelor de laborator este determinat prin metoda analitică și prin numărul de analize efectuate de către fiecare laborator.

4. IDENTIFICAREA PROBEI

4.1. Probele se sigilează la locul prelevării și se identifică în conformitate cu regulamentele în vigoare în statul membru respectiv.

4.2. Fiecare probă elementară prelevată se etichetează și conține următoarele date:

— numele produsului cosmetic;

— data, ora și locul prelevării probei;

— numele persoanei responsabile cu prelevarea probei;

— numele inspectoratului.

4.3. Se întocmește un raport asupra prelevării de probe, în conformitate cu regulamentele în vigoare în statul membru respectiv.

5. DEPOZITAREA PROBELOR

5.1. Probele elementare trebuie depozitate în conformitate cu instrucțiunile specificate pe etichetă de către fabricant, dacă acestea există.

5.2. Numai în cazul în care nu sunt specificate alte condiții, probele de laborator se depozitează la întuneric, între 10 și 25 °C.

5.3. Probele elementare nu se deschid până la începerea analizei.

II. **PREGĂTIREA ÎN LABORATOR A PROBEI TESTATE**

1. GENERALITĂȚI

1.1. Atunci când este posibil, se analizează fiecare probă elementară. Dacă proba elementară este prea mică, trebuie utilizat numărul minim de probe elementare. Probele elementare trebuie amestecate înainte de a lua proba totală.

1.2. Se deschide recipientul, în atmosferă de gaz inert dacă metoda analitică specifică aceasta și se extrage numărul de probe totale cât se poate de repede. Analiza trebuie efectuată cu o întârziere cât se poate de mică. Dacă proba trebuie conservată, recipientul trebuie resigilat sub un gaz inert.

1.3. Produsele cosmetice pot fi preparate în formă lichidă sau solidă ori într-o formă semi-solidă. Dacă se produce separarea unui produs inițial omogen, acesta trebuie reomogenizat înainte de a preleva porțiunea analizată.

1.4. În cazul în care produsul cosmetic este pus în vânzare sub o formă specială, care nu permite testarea lui în conformitate cu aceste instrucțiuni și dacă nu se prevede o metodă relevantă de examinare, poate fi adoptată o procedură originală, cu condiția ca aceasta să fie specificată în scris în buletinul de analiză.

2. LICHIDE

2.1. Acestea pot apărea sub forma unor produse cum ar fi soluțiile în ulei, în alcool și în apă, ca ape de toaletă, loțiuni sau lapte și pot fi ambalate în flacoane, sticle, fiole sau tuburi.

2.2. **Extragerea porțiunii analizate:**

— se agită foarte bine recipientul înainte de a-l deschide;

— se deschide recipientul;

— se toarnă câțiva mililitri de lichid într-o eprubetă pentru examinarea vizuală a caracteristicilor lui în vederea prelevării porțiunii analizate;

— se resigilează recipientul;

sau

— se extrage porțiunea necesară pentru analiză;

— se resigilează cu grijă recipientul.

3. SEMISOLIDE

3.1. Acestea pot apărea sub forma unor produse cum ar fi pastele, cremele, emulsiile dense și gelurile și pot fi ambalate în tuburi, sticle din plastic sau borcane.

3.2. **Extragerea porțiunii analizate, în cazul:**

3.2.1. recipientelor cu gât îngust. Se îndepărtează cel puțin primul centimetru din produs, se scoate porțiunea analizată și se resigilează recipientul imediat;

3.2.2. recipientelor cu gât larg. Se răzuiește suprafața în vederea îndepărtării stratului de deasupra, se ia porțiunea pentru analiză și se resigilează recipientul imediat.

4. SOLIDE

4.1. Acestea pot apărea sub forma unor produse cum ar fi pudrele pulbere, pudrele compacte sau batoanele și pot fi ambalate într-o mare varietate de recipiente.

4.2. Extragerea porțiunii analizate, în cazul:

4.2.1. pudrei pulbere – se agită puternic înainte de deșurubarea capacului sau de deschidere. Se deschide și se ia porțiunea analizată;

4.2.2. pudrei compacte sau batoanelor – se îndepărtează stratul de suprafață prin răzuire uniformă și se ia proba de deasupra.

5. PRODUSE ÎN AMBALAJE PRESURIZATE („pulverizatori cu aerosoli”)

5.1. Aceste produse sunt definite în articolul 2 al Directivei 75/324/CEE a Consiliului din 20 mai 1975 ([1]).

5.2. **Porțiunea analizată:**

După o agitare puternică, o cantitate reprezentativă din conținutului pulverizatorului de aerosoli se transferă cu ajutorul unui dispozitiv de conectare adecvat (vezi exemplul din figura 1: în cazuri speciale, metodele de analiză pot necesita utilizarea altor dispozitive de conectare) într-un recipient de sticlă cu înveliș exterior din material plastic (figura 4), prevăzut cu robinet de aerosoli dar neechipat cu tub de imersie. În timpul transferului, sticla este ținută cu robinetul în jos. Acest transfer face conținutul clar, vizibil, corespunzător unuia dintre următoarele patru cazuri:

([1]) JO L 147, 9.6.1975, p. 40.

5.2.1. Un produs cu aerosoli sub forma unei soluții omogene pentru analiză directă.

5.2.2. Un produs cu aerosoli constând în două faze lichide. Fiecare fază poate fi analizată după ce faza inferioară a fost separată și transferată într-o altă sticlă. În acest caz, prima sticlă de transfer este ținută cu robinetul în jos. Într-o astfel de situație, faza inferioară este adesea lichidă și lipsită de propulsor (de exemplu formula butan/apă).

5.2.3. Un produs cu aerosoli conținând o pudră în suspensie. Faza lichidă poate fi analizată după îndepărtarea pudrei.

5.2.4. Un produs spumă sau cremă. Mai întâi se cântăresc exact într-o sticlă de transfer 5…10 g 2-metoxietanol. Această substanță previne formarea de spumă în timpul operației de degazare, după care este posibilă îndepărtarea gazului propulsor fără pierderi de lichid.

5.3. **Accesorii**

Dispozitivul de conectare (figura 1) este confecționat din duraluminiu sau alamă. El este proiectat pentru a putea fi adaptat la diferite sisteme cu robinet, prin intermediul unui adaptor din polietilenă. Este dat ca exemplu; pot fi utilizate și alte dispozitive de conectare (vezi figurile 2 și 3).

Sticla de transfer (figura 4) este confecționată din sticlă albă cu înveliș protector exterior din material plastic transparent. Volumul este de 50…100 ml. Sticla este prevăzută cu un robinet de aerosoli fără tub de imersie.

5.4. **Metodă**

Pentru a putea fi transferată o cantitate suficientă de probă, sticla de transfer trebuie golită de aer. În acest scop, se introduc prin intermediul dispozitivului de conectare aproximativ 10 ml de diclordifluormetan sau butan (în funcție de produsul cu aerosoli examinat) și apoi se degazează total până la dispariția fazei lichide, ținând sticla de transfer cu robinetul în poziția cea mai înaltă. Se îndepărtează dispozitivul de conectare. Se cântărește sticla de transfer („a” grame). Se agită puternic pulverizatorul de aerosoli din care urmează să se ia proba. Se atașează conectorul la robinetul de pe recipientul cu aerosoli din care se prelevează proba (robinetul orientat în sus), se conectează sticla de transfer (cu gâtul orientat în jos) la conector și se apasă. Se umple sticla de transfer până la aproximativ două treimi din volum. Dacă transferul încetează prematur din cauza egalizării presiunii, se poate relua prin răcirea sticlei de transfer. Se îndepărtează dispozitivul de conectare, se cântărește sticla umplută („b” grame) și se determină greutatea probei de aerosoli transferată, m_1 ($m_1 = b - a$).

Proba astfel obținută poate fi utilizată:

1. pentru analize chimice obișnuite;
2. pentru analiza componenților volatili prin cromatografie de gaz.

5.4.1. *Analiză chimică*

Ținând sticla de transfer cu robinetul orientat în sus, se procedează după cum urmează:

— se degazează. Dacă operația de degazare produce spumare, se utilizează o sticlă de transfer în care a fost introdusă în prealabil prin dispozitivul de conectare, cu o seringă, o cantitate exact cântărită (5…10 g) de 2-metoxietanol;

— se definitivează îndepărtarea constituenților volatili fără pierderi, prin agitarea într-o baie de apă menținută la 40 °C; se detașează conectorul;

— se recântărește sticla de transfer („c” grame) cu scopul de a determina greutatea reziduului, m_2 ($m_2 = c - a$);

(*NB:* Când se calculează greutatea reziduului, se scade cantitatea de 2-metoxietoxietanol utilizat)

— se deschide sticla de transfer prin îndepărtarea robinetului;

— se dizolvă complet reziduul într-o cantitate cunoscută dintr-un solvent adecvat;

— se efectuează determinarea dorită pe o parte alicotă.

Formulele de calcul sunt:

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

unde:

m_1 = masa de aerosoli luată în sticla de transfer,

M_2 = masa reziduului după încălzirea la 40 °C,

r = procentul de substanță specifică în m_2 (determinat conform metodei adecvate),

R = procentul de substanță specifică în aerosoli așa cum a fost primit,

Q = masa totală a substanței specifice în pulverizatorul de aerosoli,

P = masa netă a pulverizatorului de aerosoli inițial.

5.4.2. *Analiza constituenților volatili prin cromatografie de gaz*

5.4.2.1. Principiu

Utilizând o seringă pentru cromatografie de gaz, se ia o cantitate adecvată din sticla de transfer. Se injectează conținutul seringii într-un cromatograf de gaze.

5.4.2.2. Accesorii

Seringă „de precizie" pentru cromatografie de gaz, de 25 µl sau 50 µl (figura 5), de serie A2. Această seringă este prevăzută cu un robinet cu sertar la capătul cu ac. Seringa este conectată la sticla de transfer prin intermediul unui conector și la seringă printr-un tub de polietilenă (8 mm lungime, 2,5 mm diametru interior).

5.4.2.3. Metodă

După ce o cantitate adecvată de produs cu aerosoli a fost luată în sticla de transfer, se montează capătul conic al seringii la sticla de transfer așa cum este descris la 5.4.2.2. Se deschide robinetul și se aspiră o cantitate adecvată de lichid. Se elimină bulele de gaz prin acționarea pistonului de mai multe ori (se răcește seringa dacă este necesar). Se închide robinetul în momentul când seringa conține cantitatea potrivită de lichid fără bule și se detașează seringa de sticla de transfer. Se montează acul, se introduce seringa în injectorul cromatografului de gaz, se deschide robinetul și se injectează.

5.4.2.4. Standard intern

Dacă este necesar un standard intern, acesta se introduce în sticla de transfer (prin intermediul unei seringi obișnuite din sticlă, folosind un conector).

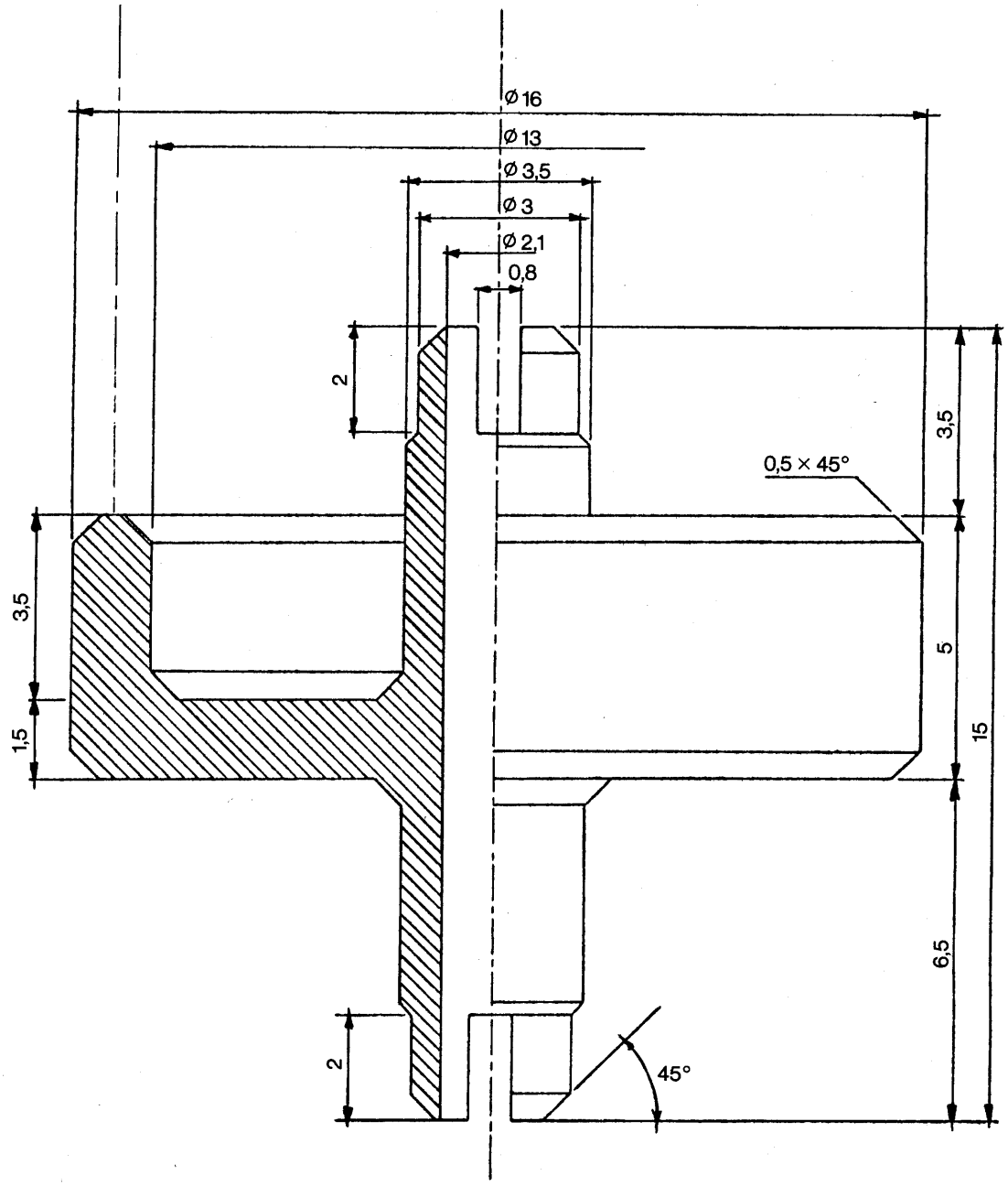

Figura 1

Conector P1

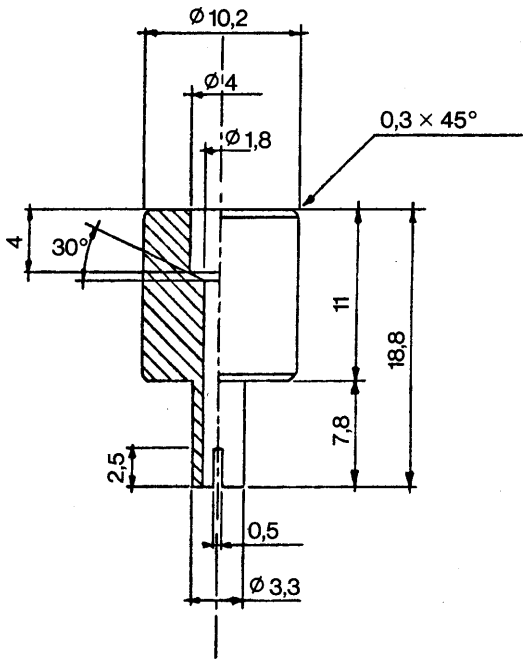

Figura 2

Conector M2

pentru legătură între robinete cu filet exterior, respectiv interior

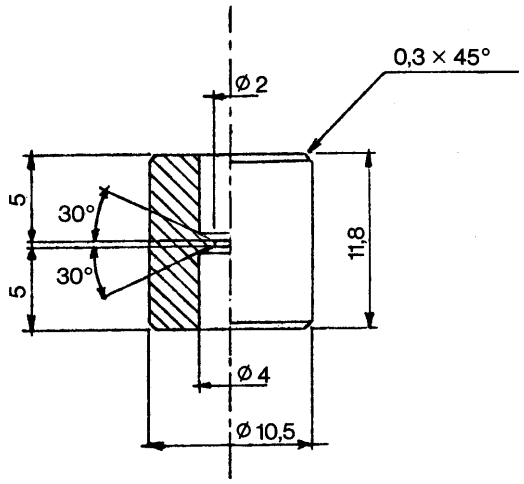

Figura 3

Conector M1

pentru legătură între robinete cu filet exterior

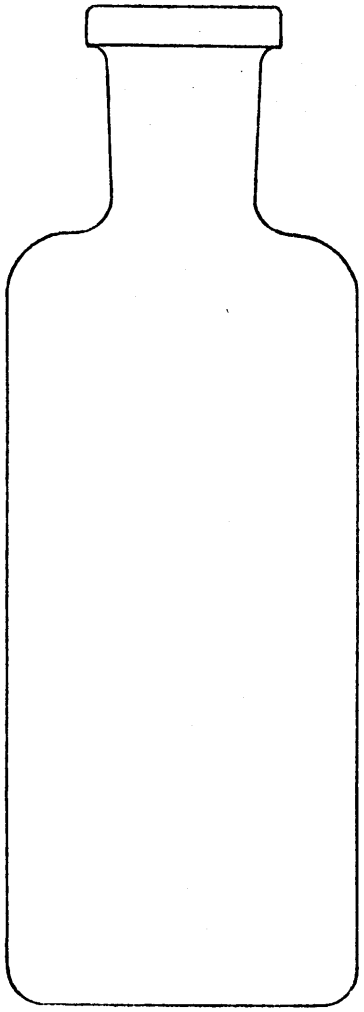

Figura 4

Sticlă de transfer

Capacitate de 50 până la 100 ml

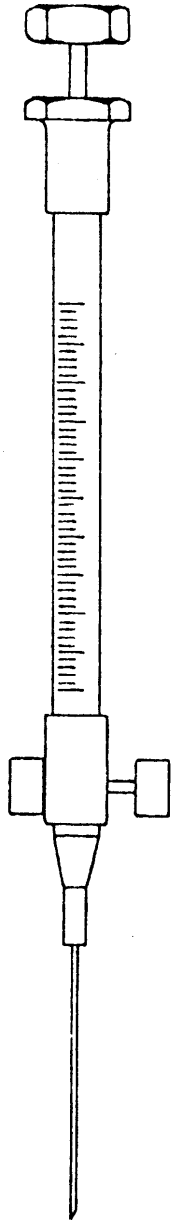

Figura 5

Seringă cu gaz comprimat

III. DETERMINAREA ȘI IDENTIFICAREA HIDROXIZILOR DE SODIU ȘI DE POTASIU ÎN STARE LIBERĂ

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda specifică procedura de identificare a produselor cosmetice conținând cantități semnificative de hidroxid de sodiu și/sau de potasiu liber și determinare a unor asemenea hidroxizi de sodiu și/sau de potasiu liberi în preparatele pentru întărirea părului și a celor pentru dizolvarea cuticulelor unghiilor.

2. DEFINIȚIE

Hidroxidul de sodiu și potasiu liber este definit de volumul de acid standard necesar pentru neutralizarea produsului în condiții specifice, cantitatea rezultată fiind exprimată ca % m/m hidroxid de sodiu liber.

3. PRINCIPIU

Proba este dizolvată sau dispersată în apă și titrată cu acid standard. Valoarea pH-ului este înregistrată concomitent cu adăugarea de acid: pentru o soluție simplă de hidroxizi de sodiu sau de potasiu, punctul final este o reducere clară a raportului de schimb maxim a valorii înregistrate a pH-ului.

Curba de titrare simplă poate fi estompată de prezența următoarelor:

(a) amoniac sau alte baze organice slabe, care au chiar ele o curbă de titrare destul de plată. În această metodă, amoniacul este îndepărtat prin evaporarea la presiune scăzută, dar la temperatura camerei;

(b) săruri ale acizilor slabi, care pot da naștere unei curbe de titrare cu mai multe puncte de inflexiune. În astfel cazuri, numai prima parte a curbei, până la primul dintre aceste puncte de influență, corespunde neutralizării ionului hidroxil provenind din hidroxidul de sodiu sau de potasiu liber.

Când apare o interferență excesivă din cauza acizilor anorganici slabi, este indicată o procedură alternativă de titrare în alcool.

Deși există posibilitatea teoretică a prezenței altor baze tari solubile, de exemplu hidroxidul de litiu, hidroxidul de tetraamoniu, ceea ce generează o valoare mare a pH-ului, prezența acestora în acest tip de produse cosmetice este foarte puțin probabilă.

4. IDENTIFICARE

4.1. **Reactivi**

4.1.1. Soluție tampon alcalină standard pH 9,18 la 25 °C: tetraborat de sodiu decahidratat 0,05 m.

4.2. **Aparatură**

4.2.1. Sticlărie obișnuită de laborator

4.2.2. pH-metru

4.2.3. Electrod cu membrană de sticlă

4.2.4. Electrod de referință standard, de calomel.

4.3. **Procedură**

Se etalonează pH-metrul cu electrozii folosind o soluție tampon standard.

Se prepară o soluție sau o dispersie 10 %, în apă, a produsului care urmează a fi analizat și se filtrează. Se măsoară pH-ul. Dacă pH-ul este 12 sau mai mare, este necesară o determinare cantitativă.

5. DETERMINARE

5.1. **Titrare în mediu apos**

5.1.1. *Reactiv*

5.1.1.1. Acid clorhidric standard 0,1 n

5.1.2. *Aparatură*

5.1.2.1. Sticlărie de laborator obișnuită

5.1.2.2. pH-metru, de preferință cu înregistrator

5.1.2.3. Electrod cu membrană de sticlă

5.1.2.4. Electrod de referință standard, de calomel.

5.1.3. *Procedură*

Într-un pahar de 150 ml se cântărește cu precizie o probă între 0,5 și 1,0 g. Dacă este prezent amoniac, se adaugă câteva granule antișoc, se pune paharul într-un exsicator cu vid, se evacuează folosind o pompă de apă până când mirosul de amoniac nu mai este detectabil (aproximativ trei ore).

Se adaugă 100 ml apă, se dizolvă sau se dispersează reziduul și se titrează cu soluție de acid clorhidric 0,1 n (5.1.2.1) înregistrând schimbarea de pH (5.1.2.2).

5.1.4. *Calcul*

Se identifică punctele de inflexiune pe curba de titrare. Dacă primul punct de inflexiune apare la un pH sub 7, proba este liberă de hidroxid de sodiu sau de potasiu.

Dacă pe curbă există două sau mai multe puncte de inflexiune, atunci numai primul punct este relevant.

Se notează volumul de agent de titrare la acest prim punct de inflexiune.

Fie V volumul de agent de titrare, în ml, și
M masa probei testate, în grame.

Conținutul de hidroxid de sodiu și de potasiu în probă, exprimat ca % m/m de hidroxid de sodiu, se calculează folosind formula:

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

Situația poate evolua de așa natură încât, în ciuda indicațiilor prezenței unei cantități semnificative de hidroxizi de sodiu și de potasiu, curba de titrare să nu indice un punct de inflexiune distinct. În acest caz, determinarea trebuie repetată cu izopropanol.

5.2. **Titrarea în izopropanol**

5.2.1. *Reactivi*

5.2.1.1. Izopropanol

5.2.1.2. Acid clorhidric standard, soluție apoasă 1,0 n

5.2.1.3. Acid clorhidric 0,1 n în izopropanol preparat chiar înainte de folosire prin diluția acidului clorhidric 1,0 n în izopropanol.

5.2.2. *Aparatură*

5.2.2.1. Sticlărie de laborator obișnuită

5.2.2.2. pH-metru, de preferință cu înregistrator

5.2.2.3. Electrod cu membrană de sticlă

5.2.2.4. Electrod de referință standard, de calomel.

5.2.3. *Procedură*

Într-un pahar de 150 ml se cântărește cu precizie o porțiune analizată între 0,5 și 1,0 g. Dacă este prezent amoniac, se adaugă câteva granule antișoc, se pune paharul într-un exsicator cu vid, se evacuează folosind o pompă de apă până când mirosul de amoniac nu mai este detectabil (aproximativ trei ore).

Se adaugă 100 ml izopropanol, se dizolvă sau se dispersează reziduul și se titrează cu acid clorhidric 0.1 n în izopropanol (5.2.1.3), înregistrând schimbarea de pH aparent (5.2.2.2).

5.2.4. *Calcul*

Similar cu punctul 5.1.4. Primul punct de inflexiune este la un pH aparent de aproximativ 9.

5.3. **Repetabilitate** [1]

Pentru un conținut de hidroxid de sodiu sau de potasiu în domeniul de 5 % m/m ca hidroxid de sodiu, diferența între rezultatele a două determinări executate în paralel pe aceeași probă nu trebuie să depășească o valoare absolută de 0,25 %.

[1] Vezi standardul ISO 5725.

IV. DETERMINAREA ȘI IDENTIFICAREA ACIDULUI OXALIC ȘI A SĂRURILOR SALE ALCALINE ÎN PRODUSELE PENTRU ÎNGRIJIREA PĂRULUI

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda descrisă mai jos este adecvată pentru determinarea și identificarea acidului oxalic și a sărurilor sale alcaline în produsele pentru îngrijirea părului. Ea poate fi folosită pentru soluții apoase/alcoolice incolore și pentru loțiuni care conțin aproximativ 5 % acid oxalic sau o cantitate echivalentă de oxalat alcalin.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de acid oxalic și/sau de săruri alcaline ale acestuia determinat prin prezenta metodă este exprimat ca procente de masă (m/m) de acid oxalic liber în probă.

3. PRINCIPIU

După îndepărtarea cu hidroclorură de p-toluidină a oricărui agent tensioactiv anionic prezent, acidul oxalic și/sau oxalații se precipită ca oxalat de calciu și apoi soluția se filtrează. Precipitatul se dizolvă în acid sulfuric și se titrează cu permanganat de potasiu.

4. REACTIVI

Toate substanțele trebuie să fie de puritate analitică.

4.1. Soluție de acetat de amoniu 5 % (m/m)

4.2. Soluție de clorură de calciu 10 % (m/m)

4.3. Etanol 95 % (V/V)

4.4. Tetraclorură de carbon

4.5. Dietileter

4.6. Soluție de dihidroclorură de p-toluidină 6.8 % (m/m)

4.7. Permanganat de potasiu, soluție 0.1 n

4.8. Acid sulfuric 20 % (m/m)

4.9. Acid clorhidric 10 % (m/m)

4.10. Acetat de sodiu trihidratat

4.11. Acid acetic glacial

4.12. Acid sulfuric (1:1)

4.13. Hidroxid de bariu, soluție saturată.

5. APARATURĂ

5.1. Pâlnii de separare de 500 ml

5.2. Pahare de laborator de 50 ml și 600 ml

5.3. Creuzete filtrante din sticlă, tip G-4

5.4. Cilindrii gradați de 25 ml și 100 ml

5.5. Pipete de 10 ml

5.6. Balon de aspirație de 500 ml

5.7. Trompă de apă

5.8. Termometru gradat de la 0 la 100 °C

5.9. Agitator magnetic cu element de încălzire

5.10. Tije de agitare magnetică, teflonate

5.11. Biurete de 25 ml

5.12. Baloane conice de 250 ml

6. PROCEDURĂ

6.1. Într-un pahar de 50 ml se cântăresc 6…7 g de probă, se aduce pH-ul la 3 prin diluție cu acid clorhidric (4.9) și se spală 100 ml apă distilată într-o pâlnie de separare. Se adaugă succesiv 25 ml etanol (4.3), 25 ml soluție de diclororură de p-toluidină (4.6) și 25 la 30 ml tetraclorură de carbon (4.4) și se agită puternic amestecul.

6.2. După separarea fazelor, se îndepărtează faza inferioară (organică) și se repetă extracția folosind reactivii menționați la punctul 6.1 și, din nou, se îndepărtează faza organică.

6.3. Se spală soluția apoasă într-un pahar de 600 ml și, prin fierberea soluției, se îndepărtează tetraclorura de carbon prezentă încă.

6.4. Se adaugă 50 ml soluție de acetat de amoniu (4.1), se aduce soluția la fierbere (5.9) și se amestecă în soluția la fierbere 10 ml soluție fierbinte de clorură de calciu (4.2); se lasă în repaus.

6.5. Se verifică dacă precipitarea este completă prin adăugarea câtorva picături de soluție de clorură de calciu (4.2.), se lasă să se răcească la temperatura camerei și apoi se amestecă cu 200 ml etanol (4.3);(5.10) se lasă să stea timp de 30 minute.

6.6. Se filtrează lichidul printr-un creuzet filtrant din sticlă (5.3), cu o mică cantitate de apă fierbinte (50—60 °C), se transferă precipitatul în creuzetul filtrant și se spală precipitatul cu apă rece.

6.7. Se spală precipitatul de cinci ori cu porțiuni mici de etanol (4.3) și apoi de cinci ori cu puțin dietileter (4.5) și se dizolvă precipitatul în 50 ml de acid sulfuric fierbinte (4.8), prin trecerea acestuia prin creuzetul filtrant la presiune redusă.

6.8. Se transferă soluția, fără pierderi, într-un balon conic și se titrează cu soluție de permanganat de potasiu (4.7) până când apare o ușoară colorare în roz.

7. CALCUL

Conținutul probei, exprimat ca procente masice de acid oxalic, se calculează cu formula:

$$\%\ \text{acid oxalic} = \frac{A \times 4{,}50179 \times 100}{E \times 1000}$$

în care:

A este consumul de permanganat de potasiu 0.1 n, măsurat conform 6.8;

E este cantitatea analizată, în grame (6.1);

4,50179 este factorul de conversie al acidului oxalic.

8. REPETABILITATE ([1])

Pentru un conținut de acid oxalic de circa 5 %, diferența dintre rezultatele a două determinări făcute în paralel pe aceeași probă nu trebuie să depășească o valoare absolută de 0,15 %.

9. IDENTIFICARE

9.1. **Principiu**

Acidul oxalic și/sau oxalații se precipită ca oxalat de calciu și se dizolvă în acid sulfuric. Soluției i se adaugă un pic de soluție de permanganat de potasiu, care schimbă culoarea și duce la formarea dioxidului de carbon. Când CO_2 rezultat se trece printr-o soluție de hidroxid de bariu, se formează precipitatul alb (lăptos) de carbonat de bariu.

9.2. **Procedură**

9.2.1. Se tratează o porțiune din proba de analizat așa cum s-a descris în secțiunile de la 6.1 până la 6.3; aceasta va îndepărta orice urmă de detergenți prezentă.

9.2.2. Se adaugă o spatulă plină de acetat de sodiu (4.10) la circa 10 ml de soluție obținută conform 9.2.1 și se acidulează soluția cu câteva picături de acid acetic glacial (4.11).

9.2.3. Se adaugă soluție clorură de calciu 10 % și se filtrează. Se dizolvă precipitatul de oxalat de calciu în 2 ml de acid sulfuric (1:1) (4.12).

9.2.4. Se transferă soluția într-o eprubetă și se adaugă cu picătura circa 0,5 ml soluție de permanganat de potasiu 0,1 n (4.7). Dacă oxalatul este prezent, soluția își pierde culoarea mai întâi treptat și apoi rapid.

9.2.5. Imediat după adăugarea permanganatului de potasiu, se pune un tub de sticlă adecvat, cu dop, deasupra eprubetei, se încălzește ușor conținutul și se colectează dioxidul de carbon format într-o soluție saturată de hidroxid de bariu (4.13). Apariția, după 3 până la 5 minute, a unui nor lăptos de carbonat de bariu indică prezența acidului oxalic.

([1]) Vezi standardul ISO/DIS 5725.

V. DETERMINAREA CLOROFORMULUI ÎN PASTA DE DINȚI

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta metodă este folosită pentru determinarea cloroformului în pasta de dinți prin cromatografie de gaz. Această metodă este adecvată pentru determinarea cloroformului la nivel de 5 % sau mai puțin.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de cloroform determinat prin această metodă este exprimat în procente de masice de produs.

3. PRINCIPIU

Pasta de dinți este în suspensie într-un amestec de dimetilformamidă/metanol la care se adaugă o cantitate cunoscută de acetonitril ca standard intern. După centrifugare, o parte a fazei lichide este supusă cromatografiei de gaz și se calculează conținutul de cloroform.

4. REACTIVI

Toți reactivi trebuie să fie de puritate analitică.

4.1. Porapak Q, Chromosorb 101 sau echivalent, de la 80 la 100 ochiuri

4.2. Acetonitril

4.3. Cloroform

4.4. Dimetilformamidă

4.5. Metanol

4.6. Soluție de standard intern

Se introduc cu pipeta 5 ml dimetilformamidă (4.4) într-un balon standard de 50 ml și se adaugă circa 300 mg (M mg) acetonitril, cântărit cu precizie. Se completează până la semn cu dimetilformamidă și se amestecă.

4.7. Soluție pentru determinarea factorului de răspuns relativ. Se introduc cu pipeta exact 5 ml soluție de standard intern (4.6) într-un balon standard de 10 ml și se adaugă aproximativ 300 mg (M_1 mg) cloroform, cântărit cu precizie. Se aduce la semn cu dimetilformamidă și se amestecă.

5. APARATURĂ ȘI ECHIPAMENT

5.1. Balanță analitică

5.2. Cromatograf de gaze cu detector de ionizare cu flacără

5.3. Microseringă cu o capacitate de 5 până la 10 µl și gradație de 0,1 µl

5.4. Pipete de gaze cu capacități de 1, 4 și 5 ml

5.5. Baloane cotate de 10 și 50 ml

5.6. Eprubete, aproximativ 20 ml, cu dop filetat, Sovirel France No.20 sau echivalent. Dopul filetat are o armătură de etanșare interioară teflonată pe o parte.

5.7. Centrifugă

6. PROCEDURĂ

6.1. **Condiții adecvate pentru cromatografia de gaz**

6.1.1. Material coloană: sticlă

Lungime: 150 cm.

Diametru interior: 4 mm

Diametru exterior: 6 mm

6.1.2. Umplutură coloană: Porapak Q, Chromosorb 101 sau echivalent de 80—100 ochiuri (4.1) cu acidul unui vibrator.

6.1.3. Detector, ionizare cu flacără: se reglează sensibilitatea astfel încât atunci când se injectează 3 µl de soluție 4.7, înălțimea vârfului acetonitorilului este de aproximativ trei sferturi din scara de deflecție totală.

6.1.4. *Gaze:*

Purtător, azot, debit de curgere 65 ml/min.

Auxiliar: se reglează debitul de gaze către detector astfel încât debitul de aer sau oxigen să fie de cinci până la 10 ori mai mare decât cel de hidrogen.

6.1.5. *Temperaturi:*

bloc de injecție:	210 °C
bloc de detecție:	210 °C
încălzirea coloanei:	175 °C.

6.1.6. *Viteza graficului:*

aproximativ 100 cm pe oră.

6.2. **Pregătirea probei**

Se ia proba analizată dintr-un tub nedeschis. Se îndepărtează o treime din conținut, se pune dopul la tub, se amestecă cu atenție în tub și apoi se ia porțiunea de testare.

6.3. **Determinare**

6.3.1. Se cântăresc într-un tub cu dop filetat (5.6) de aproximativ 10 mg, 6…7 g (M_0 g) de pastă de dinți, preparată în conformitate cu secțiunea 6.2, și se adaugă trei perle mici de sticlă.

6.3.2. Se introduc cu pipeta în tub exact 5 ml soluție de standard intern (4.6), 4 ml dimetilformamidă (4.4) și 1 ml metanol (4.5), se închide tubul și se amestecă.

6.3.3. Se agită o jumătate de oră cu un vibrator mecanic, apoi se centrifughează tubul închis timp de 15 minute, la o viteză suficientă pentru a produce o separare netă a fazelor.

Notă: ocazional se întâmplă ca faza lichidă să nu fie limpede după centrifugare. Se poate obține o îmbunătățire prin adăugarea la faza lichidă a 1 până la 2 g clorură de sodiu și recentrifugând.

6.3.4. Se injectează 3 µl din această soluție (6.3.3) în condițiile deschise în secțiunea 6.1. Se repetă această operație. Pentru condițiile descrise mai sus, pot fi date următoarele valori estimative pentru timpii de retenție:

metanol:	aproximativ 1 minut
acetonitril:	aproximativ 2,5 minute
cloroform:	aproximativ 6 minute

dimetilfloramida: > 15 minute.

6.3.5. *Determinarea factorului de răspuns relativ*

Pentru determinarea acestui factor se injectează 3 µl de soluție 4.7. Se repetă operațiunea. Se determină zilnic factorul de răspuns relativ.

7. CALCUL

7.1. **Calculul răspunsului relativ**

7.1.1. Se măsoară înălțimea și lățimea la jumătatea înălțimii pentru vârfurile corespunzătoare acetonitrilului și cloroformului și se calculează aria ambelor vârfuri folosind formula: înălțime x lățime la jumătatea înălțimii.

7.1.2. Se determină aria vârfurilor corespunzătoare acetonitrilului și cloroformului din cromatograma obținută în conformitate cu secțiunea 6.3.5. și se calculează răspunsul relativ, f_s, cu ajutorul următoarei formule:

$$f_s = \frac{\text{As. Mi}}{\text{Ms. Ai}} = \frac{\text{As.}\,{}^{1}/_{10}\,\text{M}}{\text{Ai. M}_1}$$

în care:

f_s = factorul de răspuns relativ pentru cloroform;

A_s = aria vârfului corespunzător cloroformului (6.3.5);

A_i = aria vârfului corespunzător acetonitrilului (6.3.5);

M_s = cantitatea de cloroform, în mg per 10 ml soluție la care se face referire în secțiunea 6.3.5 (= M_1);

M_i = cantitatea de acetonitril, în mg per 10 ml soluție la care se face referire în secțiunea 6.3.5 (= 1/10 M).

Se calculează media citirilor obținute.

7.2. **Calculul conținutului de cloroform**

7.2.1. Se calculează, conform 7.1.1, aria vârfurilor corespunzătoare cloroformului și acetonitrilului din cromatograma obținută prin procedura descrisă în secțiunea 6.3.4.

7.2.2. Se calculează conținutul de cloroform din pasta de dinți cu ajutorul următoarei formule:

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

în care:

% X= conținutul de cloroform din pasta de dinți, exprimat masic;

A_s = aria vârfului corespunzător cloroformului (6.3.4);

A_i = aria vârfului corespunzător acrilonitrilului (6.3.4);

M_{sx} = masa în mg a probei menționate în secțiunea 6.3.1 (= 1 000 · M_0);

M_i = cantitatea de acetonitril, în mg per 10 ml de soluție, obținută conform secțiunii 6.3.2. (1/10 M).

Se calculează media nivelelor găsite și se exprimă rezultatul cu o precizie de 0,1 %.

7. REPETABILITATE ([1])

Pentru un conținut de cloroform de 3 %, diferența între rezultatele a două determinări executate în paralel pe aceeași probă nu trebuie să depășească o valoare absolută de 0,3 %.

VI. DETERMINAREA ZINCULUI

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta metodă este adecvată pentru determinarea zincului prezent sub formă de cloruri, sulfat sau 4-hidroxibenzensulfonat, sau ca o asociere a mai multor săruri de zinc, în produsele cosmetice.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de zinc al probei este determinat gravimetric ca bi(2-metil-8-quinolil oxid) și este exprimat în procente masice de zinc în probă.

3. PRINCIPIU

Zincul prezent în soluție este precipitat într-un mediu acid ca bi(2 metil-8 quinolil oxid) de zinc. După filtrare, precipitatul este uscat și cântărit.

4. REACTIVI

Toți reactivii trebuie să fie de puritate analitică.

4.1. Amoniac concentrat 25 % (m/m): $d\,\frac{20}{4} = 0{,}91$

4.2. Acid acetic glacial

4.3. Acetat de amoniu

4.4. 2. Metilchinolin-8-ol

4.5. Soluție amoniacală 6 % (m/v)

Se transferă 240 g amoniac concentrat (4.1) într-un balon standard de 1 000 ml, se umple până la semn cu apă distilată și se amestecă.

4.6. Soluție de acetat de amoniu 0,2 m

Se dizolvă 15,4 g acetat de amoniu (4.3) în apă distilată, se aduce la semn într-un balon standard de 1 000 ml și se amestecă.

4.7. Soluție de 2-Metilchinolin-8-ol

Se dizolvă 5 g de 2-metilchinolin-8-ol în 12 ml acid acetic glacial și se transferă cu apă distilată într-un balon standard de 100 ml. Se aduce la semn cu apă distilată și se amestecă.

5. APARATURĂ ȘI ECHIPAMENT

5.1. Baloane standard de 100 și 1 000 ml

5.2. Pahare de 400 ml

5.3. Cilindri gradați de 50 și 150 ml

5.4. Pipete gradate de 10 ml

([1]) Vezi standardul ISO/DIS 5725.

5.5. Creuzete filtrante din sticlă tip G-4

5.6. Recipiente vidate 500 ml

5.7. Trompă de apă.

5.8. Termometru gradat de la 0 la 100 °C

5.9. Exsicator cu agent de deshidratare adecvat și indicator de umiditate, de exemplu silicagel, sau echivalent

5.10. Cuptor de uscare reglat la o temperatură de 150 ± 2 °C

5.11. pH-metru

5.12. Plită electrică

6. PROCEDURĂ

6.1. Într-un pahar de 400 ml se cântăresc 5…10 g (M grame) din proba de analizat, conținând 50 până la 100 mg zinc, se adaugă 50 ml de apă distilată și se amestecă.

6.2. Pentru fiecare 10 mg de zinc prezent în soluție (6.1) se adaugă 2 ml de soluție 2-metilchinolin-8-ol (4.7) și se amestecă.

6.3. Se diluează amestecul cu 150 ml apă distilată, se aduce la temperatura de 60 °C (5.12) și se adaugă 45 ml de soluție acetat de amoniu 0,2 m (4.6), agitând constant.

6.4. Se reglează pH-ul soluției la 5,7…5,9 cu soluție amoniacală 6 % (4.5), agitând constant; se folosește un pH-metru pentru măsurarea pH-ului soluției.

6.5. Se lasă soluția să stea 30 de minute. Se filtrează cu ajutorul trompei de apă prin creuzetul filtrant din sticlă G-4, care a fost inițial uscat la 150 °C și cântărit după răcire (M_0 grame) și se spală precipitatul cu 150 ml apă distilată la 95 °C.

6.6. Se pune creuzetul în cuptorul de uscare reglat la 150 °C și se usucă timp de o oră.

6.7. Se scoate creuzetul din cuptorul de uscare, se pune în exsicator (5.9) și, când s-a răcit la temperatura camerei, se determină masa (M_1 grame).

7. CALCUL

Se calculează conținutului de zinc al probei, în procente de masă (% m/m) cu ajutorul următoarei formule:

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

în care:

M = masa, în grame, a probei prelevate conform 6.1;

M_0 = masa, în grame, a creuzetului gol și uscat (6.5);

M_1 = masa, în grame, a creuzetului cu precipitat (6.7).

8. REPETABILITATE ([1])

Pentru un conținut de zinc de aproximativ 1 % (m/m), diferența între rezultatele a două determinări efectuate în paralel pe aceeași probă nu trebuie să depășească o valoare absolută de 0,1 %.

VII. **DETERMINAREA ȘI IDENTIFICAREA ACIDULUI 4-HIDROXIBENZENSULFONIC**

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta metodă este adecvată pentru identificarea acidului 4-hidroxibenzensulfonic în produsele cosmetice cum ar fi aerosoli și loțiuni pentru față.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de acid 4-hidroxibenzensulfonic determinat în conformitate cu prezenta metodă este exprimat ca procente masice de 4-hidroxibenzensulfonat de zinc anhidru în produs.

([1]) Vezi standardul ISO/DIS 5725.

3. PRINCIPIU

Porțiunea analizată este concentrată la presiune redusă, dizolvată în apă și purificată prin extracția cloroformului. Determinarea acidului 4-hidroxibenzensulfonic se face iodometric pe o porțiune a soluției apoase filtrate.

4. REACTIVI

Toate substanțele trebuie să fie de puritate analitică.

4.1. Acid clorhidric concentrat 36 % (m/m) $\left(d\ \frac{20}{4} = 1{,}18\right)$

4.2. Cloroform

4.3. Butanol-1-ol

4.4. Acid acetic glacial

4.5. Iodură potasiu

4.6. Bromură potasiu

4.7. Carbonat de sodiu

4.8. Acid sulfanilic

4.9. Azotat de sodiu

4.10. Bromat de potasiu 0,1 n

4.11. Soluție tiosulfat de sodiu 0,1 n

4.12. Soluție apoasă de amidon 1 % (m/v)

4.13. Soluție apoasă de carbonat de sodiu 2 % (m/v)

4.14. Soluție apoasă de azotat de sodiu 4,5 % (m/v)

4.15. Soluție de ditizonă în cloroform 0,05 (m/v)

4.16. Solvent de developare: 1-butanol/acid acetic glacial/apă (raport volumetric 4:1:5); după amestecare în pâlnia de separare, se descarcă faza inferioară.

4.17. Reactiv Pauly

Se dizolvă 4,5 g acid sulfanilic (4.8) în 45 ml acid clorhidric concentrat (4.1), se încălzește în acest timp și se diluează soluția cu apă până la 500 ml. Se răcesc 10 ml de soluție într-un vas cu apă cu gheață și se adaugă sub amestecare 10 ml de soluție rece de azotat de sodiu (4.14). Se lasă soluția să stea 15 minute la 0 °C (la această temperatură soluția rămâne stabilă una până la trei zile) și, imediat înainte de pulverizare (7.5), se adaugă 20 ml soluție de carbonat de sodiu (4.13).

4.18. Plăci de celuloză gata pregătite pentru cromatografie în strat subțire; format 20 x 20 cm, grosimea stratului absorbant 0,25 mm.

5. APARATURĂ ȘI ECHIPAMENT

5.1. Baloane cu fund rotund, de 100 ml

5.2. Pâlnie de separare de 100 ml

5.3. Pahar conic cu dop de sticlă de 250 ml

5.4. Buiretă de 25 ml

5.5. Pipete de gaze de 1, 2 și 10 ml

5.6. Pipetă gradată, 5 ml

5.7. Microseringă de 10 µl cu 0,1 µl gradație

5.8. Termometru gradat de la 0 la 100 °C

5.9. Baie de apă cu element de încălzire

5.10. Cuptor de uscare, bine ventilat și reglat la 80 °C

5.11. Aparatură uzuală necesară executării cromatografiei în strat subțire.

6. PREGĂTIREA PROBEI

În metoda descrisă mai jos pentru identificarea și determinarea acidului hidroxibenzensulfonic în aerosoli, se folosește reziduul obținut prin eliberarea din cilindrul cu aerosoli a solvenților și a propulsorilor care vaporizează la presiune normală.

7. IDENTIFICARE

7.1. Cu ajutorul microseringii (5.7) se aplică 5 µl de reziduu (6) sau probă pe fiecare din cele șase puncte pe linia de pornire, la o distanță de 1 cm de muchia de jos a plăcii de strat subțire.

7.2. Se pune placa într-un tanc de developare care conține deja solventul de developare (4.16) și se developează până când frontul de solvent ajunge la distanță de 15 cm la linia de pornire.

7.3. Se scoate placa din baie și se usucă la 80 °C până când nu mai sunt perceptibili vaporii de acid acetic. Se pulverizează placa cu soluție de carbonat de sodiu (4.13) și se usucă în aer.

7.4. Se acoperă o jumătate din placă cu o placă de sticlă și se pulverizează partea neacoperită cu soluție de ditizonă 0,05 % (4.15). Apariția unor pete roșu-purpuriu pe cromatogramă indică prezența ionilor de zinc.

7.5. Se acoperă jumătatea peste care s-a pulverizat cu o placă de sticlă și se pulverizează cealaltă jumătate cu reactiv Pauly (4.17). Prezența acidului 4-hidroxibenzensulfonic este indicată prin apariția unei pete galben-maroniu cu o valoare Rf de aproximativ 0,26 în timp ce o pată galbenă cu o valoare Rf de aproximativ 0,45 pe cromatogramă indică prezența acidului 3-hidroxibenzensulfonic.

8. DETERMINARE

8.1. Într-un balon de 100 ml cu fund rotund se cântăresc 10 g de probă sau reziduu (6) și se evaporă sub vid până aproape de uscare, într-un evaporator rotativ, peste o baie de apă menținută la 40 °C.

8.2. Într-un pahar se pun cu pipeta 10.0 ml apă (V_1 ml) și se dizolvă prin încălzire reziduul de evapoare (8.1).

8.3. Se transferă soluția cantitativ într-o pâlnie de separare (5.2) și se extrage soluția apoasă de două ori cu porțiuni de 20 ml de cloroform (4.2). După fiecare extracție se descarcă faza cu cloroform.

8.4. Se filtrează soluția apoasă printr-un filtru cutat. În funcție de conținutul de acid hidroxibenzensulfobnic preconizat, se introduc cu pipeta 1,0 sau 2,0 ml de filtrat (V_2) într-un flacon conic de 250 ml (5.3) și se diluează până la 75 ml cu apă.

8.5. Se adaugă 2,5 ml acid clorhidric 36 % (4.1) și 2,5 g bromură de potasiu (4.6), se amestecă și se aduce temperatura soluției până la 50 °C cu ajutorul unei băi de apă.

8.6. Dintr-o biuretă se adaugă bromat potasiu 0,1 n (4.10) până când culoarea soluției, care este încă la 50 °C, virează în galben.

8.7. Se adaugă încă 3,0 ml soluție de bromat de potasiu (4.10), se închide vasul și se lasă să stea în baia de apă la 50 °C timp de 10 minute.

Dacă după 10 minute soluția își pierde culoarea, se adaugă alți 2,0 ml soluție de bromat de potasiu (4.10), se închide vasul și se încălzește pe baie de apă menținută la 50 °C. Se înregistrează cantitatea totală de soluție de bromat de potasiu adăugată (a).

8.8. Se răcește soluția la temperatura camerei, se adaugă 2 g iodură de potasiu (4.5) și se amestecă.

8.9. Se titrează iodul format cu soluție de tiosulfat de sodiu 0,1 n (4.11). Spre sfârșitul titrării se adaugă câteva picături de soluție de amidon (4.12) ca indicator. Se înregistrează cantitatea de tiosulfat de sodiu folosită (b).

9. CALCUL

Se calculează conținutului de hidrobenzendisulfonat de zinc din probă sau reziduu (6) ca procent masic (% m/m) cu ajutorul următoarei formule:

$$\%\ {}^{m}/_{m}\text{hidroxibenzensulfonat de zinc} = \frac{(a - b) \times V_1 \times 0{,}00514 \times 100}{m \times V_2}$$

în care:

a = cantitatea totală de soluție de bromat de potasiu 0,1 n adăugată, în ml (8.7);

b = cantitatea de soluție de tiosulfat de sodiu 0,1 n folosită pentru retitrare, în ml (8.9);

m = cantitatea de produs sau reziduu analizată, exprimată în miligrame (8.1);

V_1 = volumul de soluție obținut conform 8.2, exprimat în mililitri;

V_2 = volumul de reziduu de evaporare dizolvat folosit pentru analiză (8.4), exprimat în mililitri.

Notă: În cazul aerosolilor, măsurătoarea rezultată în % (m/m) de reziduu (6) trebuie să fie exprimată în raport cu produsul original. Pentru această conversie se face referire la regulile de prelevare a probelor de aerosoli.

10. REPETABILITATE ([1])

Pentru un conținut de aproximativ 5 % hidroxibenzensulfonat de zinc, diferența între rezultatele a două determinări executate în paralel pe aceeași probă nu trebuie să depășească o valoare absolută de 0,5 %.

11. INTERPRETAREA REZULTATELOR

În conformitate cu dispozițiile directivei privind produsele cosmetice, concentrația maximă autorizată de 4-hidrobenzensulfonat de zinc în loțiunile de față și în deodorante este de 6 % (m/m). Aceasta înseamnă că pe lângă conținutul de acid hidrobenzensulfonic trebuie determinat și conținutul de zinc. Multiplicarea conținutului de hidrobenzensulfonat de zinc (9) cu un factor de 0,1588 determină conținutul minim de zinc în % (m/m) care teoretic trebuie să fie prezent în produs dat fiind conținutul de acid hidrobenzensulfonic măsurat. Conținutul de zinc efectiv măsurat gravimetric (vezi indicațiile relevante) poate fi, totuși, mai mare, datorită faptului că atât clorura de zinc cât și sulfatul de zinc pot fi folosite de asemenea în produsele cosmetice.

([1]) Vezi standardul ISO/DSI 5725.