31993L0073

L231/34 *AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA* 1993.9.14.

A BIZOTTSÁG 93/73/EGK ÖTÖDIK IRÁNYELVE

(1993. szeptember 9.)

a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekről

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb a 93/35/EGK irányelvvel [1] módosított, a kozmetikai termékekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1976. július 27-i 76/768/EGK tanácsi irányelvre [2] és különösen annak 8. cikke (1) bekezdésére,

mivel a 76/768/EGK irányelv rendelkezik a kozmetikai termékek hivatalos vizsgálatáról azzal a céllal, hogy biztosítsa a kozmetikai termékek összetételére vonatkozó közösségi rendelkezések által előírt feltételek teljesülését;

mivel minden szükséges vizsgálati módszert a lehető leggyorsabban meg kell állapítani; mivel e cél elérése érdekében már négy lépés megvalósult bizonyos módszereknek a 87/143/EGK irányelvvel [3] módosított 80/1335/EGK bizottsági irányelvben [4], a 90/207/EGK irányelvvel [5] módosított 82/434/EGK bizottsági irányelvben [6], valamint a 83/514/EGK [7] és a 85/490/EGK [8] bizottsági irányelvben való meghatározásával; mivel az ezüst-nitrát azonosítása és mennyiségi meghatározása, a szelén-diszulfid azonosítása és mennyiségi meghatározása a korpásodás elleni samponokban, az oldható bárium és az oldható stroncium mennyiségi meghatározása festékekben sók vagy festéklakkok formájában, a benzil-alkohol azonosítása és mennyiségi meghatározása, a cirkónium azonosítása, a cirkónium, alumínium és klór mennyiségi meghatározása nem aeroszol izzadásgátlókban, valamint a hexamidin, dibróm-hexamidin, dibróm-propamidin és klór-hexidin azonosítása és mennyiségi meghatározása jelenti az ötödik lépést;

mivel az ezen irányelv által megállapított rendelkezések összhangban vannak a 76/768/EGK irányelvnek a műszaki fejlődéshez való hozzáigazításával foglalkozó bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamok megteszik a szükséges lépéseket annak biztosítására, hogy a kozmetikai termékek hivatalos vizsgálata során:

– az ezüst-nitrát azonosítása és meghatározása,

– a szelén-diszulfid azonosítása és mennyiségi meghatározása a korpásodás elleni samponokban,

– az oldható bárium és az oldható stroncium mennyiségi meghatározása pigmentekben sók vagy lakkok formájában,

– a benzil-alkohol azonosítása és mennyiségi meghatározása,

– a cirkónium azonosítása, a cirkónium, alumínium és klór mennyiségi meghatározása nem aeroszol izzadásgátlókban,

– a hexamidin, dibróm-hexamidin, dibróm-propamidin és klórhexidin azonosítása és mennyiségi meghatározása,

a mellékletben leírt módszereknek megfelelően történjék.

(1) HL L 151., 1993.6.23., 32. o.
(2) HL L 262., 1976.9.27., 169. o.
(3) HL L 57., 1987.2.27., 56. o.
(4) HL L 383., 1980.12.31., 27. o.
(5) HL L 108., 1990.4.28., 92. o.
(6) HL L 185., 1982.6.30., 1. o.
(7) HL L 291., 1983.10.24., 9. o.
(8) HL L 295., 1985.11.7., 30. o.

2. cikk

(1) A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1994. szeptember 30-ig megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

Amikor a tagállamok elfogadják ezeket a rendelkezéseket, azokban hivatkozni kell erre az irányelvre, vagy azokhoz hivatalos kihirdetésük alkalmával ilyen hivatkozást kell csatolni. A hivatkozás módját a tagállamok határozzák meg.

(2) A tagállamok közlik a Bizottsággal nemzeti joguknak azokat a főbb rendelkezéseit, amelyeket az ezen irányelv által szabályozott területen fogadtak el.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1993. szeptember 9-én.

a Bizottság részéről
Christiane SCRIVENER
a Bizottság tagja

MELLÉKLET

EZÜSTNITRÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN

A. **Azonosítás**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a vizes kozmetikai termékekben lévő ezüst-nitrát ezüstként történő azonosítását írja le.

2. *Fogalommeghatározás*

Az ezüstöt kloridionokkal képzett, jellemző fehér csapadékként azonosítjuk.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1 2 M-os sósav oldat

3.2. Ammónia oldat: hígítsunk koncentrált ammónium-hidroxid oldatot (d_{20} = 0,88 g/ml) azonos mennyiségű vízzel és keverjük össze.

3.3. 2 M-os salétromsavoldat

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Centrifuga

5. *Eljárás*

5.1. Mintegy 1 g-nyi centrifugacsőben lévő mintához adjunk cseppenként 2M-os sósav oldatot (3.1.), amíg a csapadékképződés befejeződik; keverjük meg és centrifugáljuk le.

5.2. Öntsük le a felülúszó folyadékot, és egyszer mossuk ki a csapadékot öt csepp hideg vízzel. Öntsük le a mosófolyadékot.

5.3. Adjunk a centrifugacsőben lévő csapadékhoz azonos mennyiségű vizet. Melegítsük felforrásig és keverjük meg.

5.4. Forrón centrifugáljuk le; majd öntsük le a felülúszó folyadékot.

5.5. Adjunk a csapadékhoz néhány csepp ammónia oldatot (3.2.); keverjük meg és centrifugáljuk le.

5.6. A felülúszó folyadék egy cseppjéhez adjunk néhány csepp 2 M-os salétromsavoldatot (3.3.) egy üveglemezen.

5.7. Fehér csapadék ezüst jelenlétét jelzi.

B. **Mennyiségi meghatározás**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a szempillafestéknek és szemöldökfestéknek szánt kozmetikai termékekben lévő ezüst-nitrát ezüstként történő meghatározására alkalmas.

2. *Alapelv*

Az ezüstöt a termékben atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. 0,02 M-os salétromsav oldat

3.2. Ezüst mérőoldatok

3.2.1. Ezüst-nitrát törzsoldat, 1000 µg/ml-es, 0,5 M-os salétromsavoldatban („SpectrosoL” vagy azzal megegyező)

3.2.2. Ezüst mérőoldat, 100 μg/ml-es; pipettával töltsünk 10 ml törzsoldatot (3.2.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 0,02 M-os salétromsavoldattal (3.1.) és keverjük meg. Ezt a mérőoldatot frissen kell készíteni, és sötétszínű üvegben kell tárolni.

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Ezüst vájtkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer

5. *Eljárás*

5.1. Mintaelőkészítés

Mérjünk ki pontosan mintegy 0.1 g (m gramm) homogén mintát a termékből. Veszteség nélkül töltsük át egy 1 literes mérőlombikba és töltsük fel a jelig 0,02 M-os salétromsavoldattal (3.1.), majd keverjük meg.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: levegő-acetilén

Hullámhossz: 338,3 nm

Háttérkorrekció: van

Fűtési körülmények: gyenge; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1 Egy sorozat 100 ml-es mérőlombikba pipettázzunk bele 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml ezüst mérőoldatot (3.2.2.). Töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 0,02 M-os salétromsav oldattal (3.1.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 1,0; 2,0; 3,0, 4,0 és 5,0 μg ezüstöt tartalmaznak milliliterenként.

5.3.2. Mérjük meg egy 0,02 M-os salétromsav oldat (3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla ezüstkoncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik ezüst mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket az ezüst-koncentráció függvényében.

5.4. Meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó ezüstkoncentrációt.

6. *Számítás*

Számítsuk ki a minta ezüst-nitrát tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{ezüst-nitrát \% (m/m)} = \frac{1{,}5748 \times c}{10 \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálathoz kivett minta (5.1) tömege grammban

és

c = a mintaoldatban (5.1) lévő ezüstkoncentrációja mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

7. *Megismételhetőség* ([1])

4 % (m/m) ezüst-nitrát tartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem lehet nagyobb mint 0,05 % (m/m).

SZELÉN-DISZULFID AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA KORPÁSODÁS ELLENI SAMPONOKBAN

A. **Azonosítás**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a szelén-diszulfid azonosítását írja le korpásodás elleni samponokban.

2. *Alapelv*

A szelént jellemző sárgás-narancssárga színe alapján azonosítjuk, amely karbamiddal és kálium-jodiddal való reakciója során alakul ki.

([1]) ISO 5725 szabvány szerint.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált salétromsav (d_{20} = 1,42 g/ml)

3.2. Karbamid

3.3. Kálium-jodid oldat, 10 % (m/v)-os; oldjunk fel 10 g kálium-jodidot 100 ml vízben.

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Roncsolócső, 100 ml-es

4.3. Blokkhevítős roncsoló

4.4. Szűrőpapír (Whatman 42. számú vagy ezzel egyenértékű) vagy egy 0,45 μm-es membránszűrő

5. *Eljárás*

5.1. Körülbelül 1 g, roncsolócsőben (4.2.) lévő samponhoz adjunk 2,5 ml koncentrált salétromsavat (3.1.) és roncsoljuk 150 °C -on 30 percig a blokkhevítős roncsolón (4.3.).

5.2. Hígítsuk vízzel 25 ml-re a roncsolt mintát és szűrjük át egy szűrőpapíron vagy egy 0.45 μm-es membránszűrőn (4.4.).

5.3. 2,5 ml szűrlethez adjunk 5 ml vizet, 2,5 g karbamidot (3.2.) és forraljuk fel. Hűtsük le és adjunk hozzá 1 ml kálium-jodid oldatot (3.3.).

5.4. A sárgás-narancssárga szín, ami állás közben gyorsan sötétedik, a szelén jelenlétét jelzi.

B. **Mennyiségi meghatározás**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer maximálisan 4,5 % (m/m) szelén-diszulfid tartalmú, korpásodás elleni samponokban szelén formájában megtalálható szelén-diszulfid meghatározására alkalmas.

2. *Alapelv*

A mintát salétromsavval roncsoljuk, és az eredményül kapott digerátumban a szelént atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált salétromsav (d_{20} = 1,42 g/ml)

3.2. Salétromsav oldat, 5 %-os (v/v); adjunk 50 ml koncentrált salétromsavat (3.1.) 500 ml főzőpohárban lévő vízhez folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 1 literes mérőlombikba, és vízzel töltsük fel a jelig.

3.3. Szelén mérő törzsoldat, 1 000 μg/ml-es, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL" vagy ezzel egyenértékű)

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Roncsolócső, 100 ml-es

4.3. Blokkhevítős roncsoló

4.4. Szűrőpapír (Whatman 42-es vagy ezzel egyenértékű) vagy egy 0,45 μm-es membránszűrő

4.5. Szelén üregkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer

5. *Eljárás*

5.1 Mintaelőkészítés

5.1.1. Mérjünk be pontosan kb. 0,1 g (m gramm) homogén sampon mintát egy roncsolócsőbe (4.2.).

5.1.2. Adjunk hozzá 5 ml koncentrált salétromsavat (3.1.), és roncsoljuk 150 °C -on egy órán keresztül egy blokkhevítős roncsolón (4.3.).

5.1.3. Hagyjuk az oldatot lehűlni és hígítsuk fel vízzel 100 ml-re. Szűrjük át egy szűrőpapíron vagy egy 0.45 μm-es membránszűrőn (4.4.), és tartsuk meg a szűrt oldatot a mennyiségi meghatározáshoz.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: levegő-acetilén

Hullámhossz: 196,0 nm

Háttérkorrekció: van

Fűtési körülmények: gyenge; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy 100 ml-es mérőlombik sorozatba pipettázzunk be 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml szelén mérő törzsoldatot (3.3.). Töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 5 %-os (v/v) salétromsav oldattal (3.1.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 10, 20, 30, 40 és 50 μg szelént tartalmaznak milliliterenként.

5.3.2. Mérjük meg egy 5 %-os (v/v) salétromsav oldat (3.2,) abszorbanciáját és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla szelén koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik szelén kalibráló mérőoldat (5.3.1,) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a szelén-koncentráció függvényében.

5.4. Mennyiségi meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.3) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó szelén koncentrációt.

6. *Számítás*

Számítsuk ki a minta szelén-diszulfid tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{szelén-diszulfid \% (m/m)} = \frac{1{,}812 \times c}{100 \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.1) tömege grammban

és

c = a mintaoldatban (5.1.3) lévő szelénkoncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

7. *Megismételhetőség* [1]

1 % (m/m) szelén-diszulfid tartalom esetén azonos mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,05 %-ot (m/m).

OLDHATÓ BÁRIUM ÉS OLDHATÓ STRONCIUM MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA PIGMENTEKBEN SÓK VAGY LAKKOK FORMÁJÁBAN

A. **Oldható bárium meghatározása**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a pigmentekben lévő oldható bárium sók vagy lakkok formájában történő extrakciós eljárását és mennyiségi meghatározását írja le.

2. *Alapelv*

A pigmentet meghatározott körülmények között 0,07 M-os sósavval kivonjuk, és az kivonatban lévő bárium mennyiségét atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

[1] ISO 5725 szabvány szerint.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Abszolút etil-alkohol

3.2. 0,07 M-os sósav oldat

3.3. 0,5 M-os sósav oldat

3.4. 8 %-os (m/v) kálium-klorid oldat; oldjunk fel 16 g kálium-kloridot 200 ml 0,07 M-os sósav oldatban (3.2.).

3.5. Bárium mérőoldatok

3.5.1. Bárium mérő törzsoldat, 1000 µg/ml, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL" vagy ezzel egyenértékű)

3.5.2. Bárium standard oldat, 200 µg/ml; pipettával töltsünk 20 ml bárium mérő törzsoldatot (3.5.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg.

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelések

4.2. pH-mérő, ± 0,02 egység pontossággal

4.3. Körkörös rázógép

4.4. 0,45 µm-es pórusméretű membránszűrő

4.5. Bárium üregkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. *Eljárás*

5.1. Mintaelőkészítés

5.1.1. Mérjünk be pontosan kb. 0,5 g (m gramm) pigmentet egy Erlenmeyer lombikba. Azért, hogy a hatékony keveréshez elégséges térfogatot biztosítsunk, 150 ml-nél kisebb térfogatú lombik nem használható.

5.1.2. Pipettával adjunk hozzá 1,0 ml etil-alkoholt, és forgassuk a lombikot, hogy a festék nedvesítése alapos legyen. Egy bürettából adjunk hozzá pontosan olyan mennyiségű 0,07 M-os sósav oldatot (3.2.), amely pontosan 50 milliliter/gramm savtérfogat/pigment-tömeg arányt biztosít. Az etil-alkoholt tartalmazó kivonat teljes térfogata legyen „V" ml. Rázzuk össze a lombik tartalmát öt másodpercig, hogy a komponensek tökéletesen összekeveredjenek.

5.1.3. Egy pH-mérő (4.2.) segítségével mérjük meg a kapott szuszpenzió pH-ját, és ha az 1,5 felett van, adjunk hozzá cseppenként 0,5 M-os sósavat (3.3.) addig, amíg 1,4-1,5-ös tartományba be nem áll.

5.1.4. A lombikot dugóval zárjuk be, és rögtön kezdjük el rázni 60 percen keresztül egy körkörös rázógéppel (4.3.). A rázógépnek akkora sebességen kell működnie, hogy hab képződjön. Szűrjük át egy 0,45 µm-es membránszűrőn és gyűjtsük össze a szűrletet. Ne centrifugáljuk a kivonatot szűrés előtt. Pipettával töltsünk 5,0 ml szűrletet egy mérőlombikba; töltsük fel a jelig 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezt az oldatot használjuk a stroncium (B. rész) meghatározására is.

5.1.5. Pipettával mérjünk be egy 100 ml-es mérőlombikba 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.4.) és a higított szűrletből (5.1.4.) egy várhatóan 3 és 10 µg bárium/milliliter közötti koncentrációnak megfelelő elkülönített részt (W_{Ba} ml). (Egy 10 ml-es részletnek elégnek kell lennie egy kezdőponthoz). Töltsük fel 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg.

5.1.6. Az oldat bárium koncentrációját (5.1.5.) atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg még ugyanazon a napon.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén

Hullámhossz: 553,5 nm

Háttérkorrekció: nincs

Fűtési körülmények: gyenge; a maximális abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy sorozat 100 ml-es mérőlombikba pipettázzunk be 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml bárium mérőoldatot (3.5.2.). Mindegyik lombikba pipettázzunk be 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.4.); töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 0,07 M sósav oldattal (3.2) és keverjük össze. Ezek az oldatok 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 és 10,0 μg báriumot tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk egy vakoldatot, amiből hiányzik a bárium mérőoldat.

5.3.2. Mérjük meg a vakoldat (5.3.1.) abszorbanciáját és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla bárium koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik bárium mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a bárium-koncentráció függvényében.

5.4. Mennyiségi meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.3.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó bárium koncentrációt.

6. *Számítás*

A pigment oldható báriumtartalmát (% m/m) a következő képlet adja meg:

$$\text{oldható bárium \% (m/m)} = \frac{c \times V}{10 W_{Ba} \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.1.) tömege grammban

c = a mintaoldatban (5.1.5.) lévő bárium-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján

V = a kivonat össztérfogata milliliterben (5.1.2.)

és

W_{Ba} = az 5.1.5. pontban kivett kivonat térfogata.

7. *Megismételhetőség*

Ennek a módszernek a legjobb becsült megismételhetősége 0,3 % (ISO 5725) 2 %-os (m/m) oldható bárium tartalom esetén.

8. *Megjegyzések*

8.1. Bizonyos körülmények között a bárium abszorbanciája megnőhet kalcium jelenlétében. Ez 5 g/l [1] magnézium-ion adagolásával ellensúlyozható.

8.2 Az atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma–emissziós optikai spektrometria használata.

B. **Oldható stroncium mennyiségi meghatározása**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a festékekben lévő oldható stroncium extrakciós eljárását és sók vagy lakkok formájában történő mennyiségi meghatározását írja le.

2. *Alapelv*

A mintát meghatározott körülmények között 0,07 M-os sósavval kivonjuk, és a kivonatban lévő stroncium mennyiségét atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Abszolút etil-alkohol

3.2. 0,07 M-os sósav oldat

3.3. 8 %-os (m/v) kálium-klorid oldat: oldjunk fel 16 g kálium-kloridot 200 ml 0,07 M-os sósav oldatban (3.2.).

[1] „A magnézium módosító anyagként viselkedik a bárium lángemissziós atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározásánál" Jerrow, M. *et.al. Analytical Proceedings, 1991, 28,40.*

3.4. Stroncium mérőoldatok

3.4.1. Stroncium mérő törzsoldat, 1 000 µg/ml, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL" vagy ezzel egyenértékű)

3.4.2. Stroncium mérőoldat, 100 µg/ml: pipettával töltsünk 10 ml stroncium mérő törzsoldatot (3.4.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük össze.

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. 0,45 µm-es pórusméretű membránszűrő

4.3. Stroncium vájtkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. *Eljárás*

5.1. Mintaelőkészítés

Az A.5.1.4. pontban elkészített oldatot használjuk az oldott stroncium tartalom mennyiségi meghatározására.

5.1.1. Pipettával mérjünk be egy 100 ml-es mérőlombikba 5.0 ml kálium-klorid oldatot (3.4.) és a higított szűrletből (A.5.1.4.) egy várhatóan 2 és 5 µg stroncium/milliliter közötti koncentrációjú leválasztott részt (WBa ml). (Egy 25 ml-es részletnek elégnek kell lennie a kezdőponthoz). Töltsük fel 0,07 M sósav oldattal (3.2.) és keverjük össze.

5.1.2. Az oldat stroncium koncentrációját (5.1.5.) atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg még ugyanazon a napon.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén

Hullámhossz: 460,7 nm

Háttér korrekció: nincs

Fűtési körülmények: gyenge; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy sorozat 100 ml-es mérőlombikba pipettázzunk be 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml stroncium mérőoldatot (3.5.2.). Mindegyik lombikba pipettázzunk bele 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.3.); töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 0,07 M sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 és 5,0 µg stronciumot tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk a vakpróba oldatot, amiből hiányzik a stroncium mérőoldat.

5.3.2. Mérjük meg egy vakpróba oldat (5.3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla stroncium koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik stroncium mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a stroncium-koncentráció függvényében.

5.4. Mennyiségi meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.3.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó stroncium koncentrációt.

6. *Számítás*

A pigment oldható stroncium tartalmát (% m/m) a következő képlet adja meg:

$$\text{okdható stronicium \% (m/m)} = \frac{c \times V}{10 W_{Sr} \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálathoz kivett minta (A.5.1.1.) tömege grammban

c = a mintaoldatban (5.1.1.) lévő stroncium-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján

V = a kivonat térfogata milliliterben (A.5.1.2.)

és

WSr = az 5.1.1. pontban kivett kivonat térfogata.

7. *Megismételhetőség*

Ennek a módszernek 0,09 % a legjobb becsült megismételhetősége (ISO 5725) 0,6 %-os (m/m) oldható stroncium tartalom esetén.

8. *Megjegyzés*

Az atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma-emissziós optikai spektrometria használata.

BENZIL-ALKOHOL AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN

A. **Azonosítás**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő benzil-alkohol azonosítását írja le.

2. *Alapelv*

A benzil-alkoholt szilikagél lemezeken végrehajtott vékonyréteg-kromatográfia segítségével azonosítjuk.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Benzil-alkohol

3.2. Kloroform

3.3. Abszolút etil-alkohol

3.4. n-Pentán

3.5. Előhívó oldószer: dietil-éter

3.6. Benzil-alkohol mérőoldat: mérjünk be 0,1 g benzil-alkoholt (3.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba, töltsük fel jelig etil-alkohollal (3.3.) és keverjük össze.

3.7. Vékonyréteg kromatográfiás üveglemezek, 100 x 200 mm-es vagy 200 x 200 mm-es, 0,25 mm vastag szilikagél 60 F254 réteggel bevonva.

3.8. Detektor: 12-molibdén-foszforsav, 10 % (m/v) etil-alkoholban (3.3.)

4. *Eszközök*

4.1. Normál vékonyréteg kromatográfiás készülék

4.2. Kromatográfiás kád, kétcsatornás kamrával, külső méretei kb. 80 mm x 230 mm x 240 mm

4.3. Kromatográfiás papír: Whatman vagy ezzel egyenértékű

4.4. Ultraibolya lámpa, hullámhossz 254 nm.

5. *Eljárás*

5.1. Mintaelőkészítés

Mérjünk be 1,0 g-ot a vizsgálni kívánt termékből egy 10 ml-es mérőlombikba. Adjunk hozzá 3 ml kloroformot (3.2.) és rázzuk erősen addig, amíg a termék teljesen feloldódik. Töltsük fel jelig etil-alkohollal (3.3.) és rázzuk erősen addig, míg egy tiszta vagy csaknem tiszta oldatot kapunk.

5.2 Vékonyréteg kromatográfia

5.2.1. Töltsük fel a kromatográfiás kádat (4.2.) n-pentánnal (3.4.) a következőképpen: vonjuk be a hátsó csatorna melletti kamrafalat a kromatográfiás papírral (4.3.) biztosítva, hogy a papír alsó széle a csatornában legyen. Töltsünk 25 ml n-pentánt (3.4) a hátsó csatornába olya módon, hogy a kromatográfiás papír exponált felületére öntjük az oldószert. Azonnal tegyük vissza a fedelet és hagyjuk a kádat állni 15 percig.

5.2.2. Vigyünk fel 10 µl mintaoldatot (5.1.) és 10 µl benzil-alkohol mérőoldatot (3.6.) a vékonyréteg kromatográfiás lemez (3.7.) alapvonalának megfelelő pontjaira. Hagyjuk megszáradni.

5.2.3. Pipettázzunk 10 ml dietil-étert (3.5.) a kád elején lévő csatornába, és közvetlenül ezután tegyük a lemezt (5.2.2.) ugyanebbe a csatornába. Gyorsan tegyük vissza a kád fedelét, és hívjuk elő a folyadékot a lemezen 150 mm távolságig. Vegyük ki a lemezt a kromatográfiás tartályból, és hagyjuk megszáradni szobahőmérsékleten.

5.2.4. Vizsgáljuk meg a lemezt (5.2.3.) ultraibolya lámpa alatt, és jelöljük be a lila foltokat. Permetezzük be a lemezt a detektorral (3.8.), és azután melegítsük 120 °C-on mintegy 15 percen keresztül. A benzil-alkohol sötétkék foltként jelenik meg.

5.2.5. Számítsuk ki az Rf értéket, amit a benzil-alkohol mérőoldattal kapunk. Egy ugyanolyan Rf értékkel rendelkező, a mintaoldatból kapott sötétkék folt benzil-alkohol jelenlétét jelzi.

Detektálási határérték: 0,1 µg benzil-alkohol.

B. **Mennyiségi meghatározás**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő benzil-alkohol meghatározását írja le.

2. *Meghatározás*

Az e módszerrel meghatározott benzil-alkohol mennyiségét tömegszázalékban (% m/m) fejezzük ki.

3. *Alapelv*

A mintát metil-alkohollal vonjuk ki, és a kivonatban található benzil-alkohol mennyiségét nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg.

4. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie és alkalmasnak HPLC-re, ahol ez szükséges.

4.1. Metilalkohol

4.2. 4-Etoxi-fenol

4.3. Benzil-alkohol

4.4. Mozgó fázis: metil-alkohol (4.1.)/víz (45:55; v/v)

4.5. Benzil-alkohol törzsoldat: mérjünk be nagy pontossággal körülbelül 0,1 g benzil-alkoholt (4.3) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig metil-alkohollal (4.1.) és keverjük össze.

4.6. Belső standard oldat: mérjünk be nagy pontossággal mintegy 0,1 g 4-etoxifenolt (4.2.) egy 1 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig metil-alkohollal (4.1) és keverjük össze.

4.7. Standard oldatok: egy sorozat 25 ml-es mérőlombikba pipettázzunk benzil-alkohol törzsoldatot (4.5.) és belső standard oldatot (4.6.) az alábbi táblázatban megadott mennyiségekben. Töltsük fel a jelig metil-alkohollal és keverjük össze.

Benzil-alkohol koncentráció	3-etoxi-fenol koncentráció		Standard oldat	
	hozzáadott ml (4.5.)	µm/ml (*)	hozzáadott ml (4.6.)	µm/ml (*)
I	0,5	20	2,0	80
II	1,0	40	2,0	80
III	2,0	80	2,0	80
IV	3,0	120	2,0	80
V	5,0	200	2,0	80

(*) Ezek az értékek példaként szerepelnek, és olyan standard oldatok koncentrációinak felelnek meg, amelyeket benzil-alkohol (4.5.) és 4-etoxi-fenol (4.6.) oldatok felhasználásával készítettünk, amelyek pontosan 0,1 % (m/v) benzil-alkoholt és pontosan 0,1 % (m/v) 4-etoxi-fenolt tartalmaznak.

5. *Eszközök*

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

5.2. Nagynyomású kromatográfiás berendezés változtatható hullámhosszú ultraibolya detektorral és 10 µl-es befecskendező hurok.

5.3. Analitikai oszlop: 250 mm x 4,6 mm rozsdamentes acél oszlop 5 µm-es Spherisorb ODS vagy ezzel egyenértékű töltettel ellátva.

5.4. Vízfürdő

5.5. Ultrahangos fürdő

5.6. Centrifuga

5.7. Centrifugacsövek, 15 ml kapacitással

6. *Eljárás*

6.1. Mintaelőkészítés

6.1.1. Mérjünk be nagy pontossággal mintegy 0,1 g (m gramm) mintát egy centrifugacsőbe (5.7.) és adjunk hozzá 5 ml metil-alkoholt (4.1.).

6.1.2. Melegítsük vízfürdőn (5.4.) 10 percig 50 °C-ot tartva, azután tegyük a csövet ultrahangos fürdőbe (5.5.), amíg a minta teljesen feloldódik.

6.1.3. Hűtsük le, azután centrifugáljuk 3 500 percenkénti fordulatszám mellett öt percig.

6.1.4. A felülúszó folyadékot töltsük át egy 25 ml-es mérőlombikba.

6.1.5. Újra vonjuk ki a mintát további 5 ml metil-alkohollal (4.1.). Egyesítsük a kivonatokat egy 25 ml-es mérőlombikban.

6.1.6. Pipettázzunk 2,0 ml belső standard oldatot (4.6.) egy 25 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig metil-alkohollal (4.1.) és keverjük össze. Ezt az oldatot használjuk a 6.4 pontban leírt vizsgálat meghatározási szakaszában.

6.2. Kromatográfia

6.2.1. Szereljük össze a nagynyomású kromatográfiás berendezést (5.2.) a szokásos módon. A mozgó fázis (4.4.) áramlási sebességét állítsuk 2,0 ml/perc értékre.

6.2.2. Az UV detektor (5.2.) hullámhosszát állítsuk 210 nm-re.

6.3. Kalibrálás

6.3.1 Minden standard oldatból (4.7.) fecskendezzünk 10 µl-t, és mérjük meg a benzil-alkohol területeket és a 4-etoxi-fenol csúcsokat.

6.3.2 Minden standard oldatra (4.7.) számítsuk ki a benzil-alkoholnak a 4-etoxi-fenolhoz viszonyított csúcsterületek arányát. Vigyük fel ezeket az arányokat a kalibrációs görbe ordinátájára, a hozzátartozó benzil-alkohol koncentrációkat pedig az abszcisszára µg/milliliterben.

6.4 Mennyiségi meghatározás

6.4.1 Fecskendezzünk be 10 µl mintaoldatot (6.1.6.), és mérjük meg a benzil-alkohol és a 4-etoxi-fenol csúcsterületeit. Számítsuk ki a benzil-alkohol és a 4-etoxi-fenol csúcsterületek arányát. Ismételjük meg ezt a folyamatot további 10 µl-es mintaoldat részletekben, amíg ellentmondásmentes eredményeket kapunk.

6.4.2 A kalibrációs görbéről (6.3.2.) olvassuk le a benzil-alkohol/4-etoxifenol csúcsterülethez tartozó benzil-alkohol koncentrációt.

7. *Számítás*

Számítsuk ki a minta benzil-alkohol tartalmát tömegszázalékban a következő képlet segítségével:

$$\text{benzil - alkohol \% (m/m)} = \frac{c}{400 \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (6.1.1.) tömege grammban

és

c = a mintaoldatban (6.1.6.) lévő benzil-alkohol-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

8. *Megismételhetőség* [1]

1 % (m/m) benzil-alkohol-tartalom esetén azonos a mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározás eredménye közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,10 %-ot.

[1] ISO 5725 szabvány szerint.

CIRKÓNIUM AZONOSÍTÁSA ÉS CIRKÓNIUM, ALUMINIUM ÉS KLÓR MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA NEM-AEROSZOL IZZADÁSGÁTLÓKBAN

A módszer öt lépést tartalmaz:

A. Cirkónium azonosítása

B. Cirkónium meghatározása

C. Alumínium meghatározása

D. Klór meghatározása

E. Az alumínium atomok cirkónium atomokhoz viszonyított aránya, valamint az alumínium és cirkónium atomok klór atomokhoz viszonyított arányának számítása

A. **Cirkónium azonosítása**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a nem-aeroszol izzadásgátló kozmetikai termékekben lévő cirkónium azonosítását írja le. Nem történt kísérlet olyan módszer leírására, amely az alumínium-cirkónium-klorid komplex [AlxZr(OH),Cl,.nH2O] azonosítására alkalmas.

2. *Alapelv*

A cirkóniumot jellemző, vörös-lila csapadéka alapján azonosítjuk, amely alizarin-vörös S oldattal képződik erősen savas környezetben.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált sósav (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. Alizarin-vörös S (CL 58005) oldat: alizarin-szulfonát 2 %-os (m/v) vizes oldata.

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

5. *Eljárás*

5.1. Körülbelül 1 g-nyi, vizsgálati csőben lévő mintához adjunk 2 ml vizet. Dugóval zárjuk le és rázzuk fel.

5.2. Adjunk hozzá néhány csepp alizarin-vörös S oldatot (3.2.), majd 2 ml koncentrált sósavat (3.1.). Dugóval zárjuk le és rázzuk össze.

5.3. Hagyjuk állni kb. két percig.

5.4. Vörös-ibolya színű felülúszó folyadék és csapadék a cirkónium jelenlétét jelzi.

B. **Cirkónium meghatározása**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer nem-aeroszol izzadásgátlókban lévő cirkóniumnak alumínium-cirkónium-klorid-hidroxid komplexekben történő meghatározására alkalmas legfeljebb 7,5 % (m/m) cirkónium-koncentrációig.

2. *Alapelv*

A cirkóniumot savas körülmények között kivonjuk a termékből, és atomabszorpciós lángspektrometriával határozzuk meg.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált sósav (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. 10 %-os (v/v) sósav oldat: adjunk 100 ml koncentrált sósavat (3.1.) 500 ml vízhez egy főzőpohárban, folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 1 literes mérőlombikba és töltsük fel a jelig vízzel.

3.3. Cirkónium standard törzsoldat, 1 000 µg/ml-es, 0,5 M-os sósav oldatban („SpectrosoL” vagy ezzel megegyező)

3.4. Alumínium-klorid (hidratált) [$AlCl_3.6H_2O$] reagens: oldjunk fel 22,6 g alumínium-klorid-hexahidrátot 250 ml 10 %-os (v/v) sósav oldatban (3.2.).

3.5. Ammónium-klorid reagens: oldjunk fel 5,0 g ammónium-kloridot 250 ml 10 %-os (v/v) sósav oldatban (3.2.).

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Főzőlap mágneses keverővel

4.3. Szűrőpapír (Whatman 41. számú vagy ezzel megegyező)

4.4. Cirkónium üregkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. *Eljárás*

5.1. Mintaelőkészítés

5.1.1. Mérjünk be pontosan kb. 0,1 g (m gramm) homogén mintát a termékből egy 150 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 40 ml vizet és 10 ml koncentrált sósavat (3.1.).

5.1.2. Tegyük fel a főzőpoharat a mágneses keverővel ellátott főzőlapra (4.2.). Indítsuk el a keverést, és forrásig melegítsük. A gyors száradás megelőzése érdekében tegyünk egy óraüveget a főzőpohár tetejére. Forraljuk öt percig, vegyük le a főzőpoharat és hűtsük le szobahőmérsékletre.

5.1.3. A szűrőpapír (4.3.) felhasználásával szűrjük le a főzőpohár tartalmát egy 100 ml-es mérőlombikba. Öblítsük ki a főzőpoharat kétszer 10 ml-nyi vízzel, és szűrés után öntsük a szűrletet a lombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük meg. Ezt az oldatot használjuk az alumínium (C. rész) meghatározására is.

5.1.4. Pipettázzunk 20,00 ml mintaoldatot (5.1.3), 5,00 ml alumínium-klorid reagenst (3.4.) és 5,00 ml ammónium-klorid reagenst (3.5.) egy 50 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 10 %-os (v/v) sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén

Hullámhossz: 360,1 nm

Háttér korrekció: nincs

Fűtési körülmények: dús; a maximális abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy 50 ml-es mérőlombik sorozatba pipettázzunk be 5,00; 10,00; 15,00; 20,00 és 25,00 ml cirkónium standard törzsoldatot (3.3.). Mindegyik mérőlombikba pipettázzunk be 5,00 ml alumínium-klorid reagenst (3.4.) és 5,00 ml ammónium-klorid reagenst (3.5.) Töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 10 %-os (v/v) sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 100, 200, 300, 400 és 500 μg cirkóniumt tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk el egy vakpróba oldatot is, amelyből kihagyjuk a cirkónium standard oldatot.

5.3.2. Mérjük meg a vakpróba oldat (5.3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla cirkónium koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik cirkónium kalibráló standard oldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a cirkónium-koncentráció függvényében.

5.4. Meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.4.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó cirkónium-koncentrációt.

6. *Számítás*

Számítsuk ki a minta cirkónium tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet használatával:

$$\text{cirkónium (\% m/m)} = \frac{c}{40 \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálathoz kivett minta (5.1.1.) tömege grammban

és

c = a mintaoldatban (5.1.) lévő cirkónium-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbealapján.

7. *Megismételhetőség* [1]

3,00 % (m/m) cirkónium-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározása közötti különbség értéke nem haladhatja meg a 0,10 % -ot (m/m).

8. *Megjegyzés*

A atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma-emissziós optikai spektrometria használata.

C. **Alumínium meghatározása**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer nem-aeroszol izzadásgátlókban lévő alumíniumnak alumínium-cirkónium-klorid-hidroxid komplexekben történő meghatározására alkalmas legfeljebb 12 % (m/m) alumínium-koncentrációig.

2. *Alapelv*

Az alumíniumot savas körülmények között kivonjuk a termékből, és atomabszorpciós lángspektrometriával határozzuk meg.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált sósav (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. 1 %-os (v/v) sósav oldat: adjunk 10 ml koncentrált sósavat (3.1.) 500 ml vízhez egy főzőpohárban, folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 1 literes mérőlombikba és töltsük fel a jelig vízzel.

3.3. Alumínium mérő törzsoldat, 1 000 µg/ml-es, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL" vagy ezzel megegyező)

3.4. Kálium-klorid reagens: oldjunk fel 10,0 g kálium-kloridot 250 ml 10 %-os (v/v) sósav oldatban (3.2.).

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Alumínium üregkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. *Eljárás*

5.1. Mintaelőkészítés

A B.5.1.3. pontban elkészített oldatot használjuk az alumíniumtartalom meghatározására.

5.1.1. Pipettázzunk 5,00 ml mintaoldatot (5.1.3.) és 10,00 ml kálium-klorid reagenst (3.4.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 1 %-os (v/v) sósav oldattal (3.2.), és keverjük meg.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén

Hullámhossz: 309,3 nm

Háttér korrekció: nincs

Fűtési körülmények: dús; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy 100 ml-es mérőlombi sorozatba pipettázzunk be 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 és 5,00 ml alumínium mérő törzsoldatot (3.3.). Mindegyik mérőlombikba pipettázzunk be 10,00 ml kálium-klorid reagenst, (3.4.) és töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 1 %-os (v/v) sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 10, 20, 30, 40 és 50 µg alumíniumot tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk el egy vakpróba oldatot is, amelyből kihagyjuk az alumínium mérőoldatot.

[1] ISO 5725 szabvány szerint.

5.3.2. Mérjük meg a vakoldat (5.3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla alumínium koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik alumínium kalibráló mérőoldat abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét az abszorbancia értékeknek az alumínium-koncentráció függvényében való ábrázolásával.

5.4. Meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.1.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó alumínium-koncentrációt.

6. *Számítás*

Számítsuk ki a minta alumíniumtartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{alumínium (\% m/m)} = \frac{c}{5 \times m}$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (B.5.1.1.) tömege grammban

és

c = a mintaoldatban (5.1.1.) lévő alumínium-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

7. *Megismételhetőség* ([1])

3,5 % (m/m) alumíniumtartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredménye közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,10 %-ot (m/m).

8. *Megjegyzés*

Az atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma-emissziós optikai spektrometria használata.

D. **Klór meghatározása**

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer nem-aeroszol izzadásgátlókban lévő klórnak alumínium-cirkónium-klorid-hidroxid komplexekben történő meghatározására alkalmas.

2. *Alalpelv*

A termékben lévő klorid iont potenciometrikus titrálással határozzuk meg ezüst-nitrát mérőoldatra vonatkoztatva.

3. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált salétromsav (d_{20} = 1,42 g/ml)

3.2. 5 %-os (v/v) salétromsav oldat: adjunk 25 ml koncentrált salétromsavat (3.1.) 250 ml vízhez egy főzőpohárban, folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 500 ml-es mérőlombikba és töltsük fel a jelig vízzel.

3.3. Aceton

3.4. 0,1 M-os ezüst-nitrát oldat („AnalaR" vagy ezzel egyenértékű)

4. *Eszközök*

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelések

4.2. Mágneses keverővel ellátott főzőlap

4.3 Ezüst elektród

4.4. Kalomel referenciaelektród

4.5. Potenciometrikus titrálásra alkalmas pH/milivolt mérő

([1]) ISO 5725 szabvány szerint.

5. *Eljárás*

5.1 Mintaelőkészítés

5.1.1. Mérjünk be pontosan kb. 1,0 g-ot (m gramm) a termék homogén mintájából egy 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 80 ml vizet és 20 ml 5 %-os (v/v) salétromsav (3.2.) oldatot.

5.1.2. Tegyük a főzőpoharat a mágneses keverővel ellátott főzőlapra (4.2.). Indítsuk el a keverést, és melegítsük forrásig. A gyors kiszáradás elkerülése érdekében tegyünk egy óraüveget a főzőpohár tetejére. Forraljuk öt percen keresztül, aztán vegyük le a főzőpoharat a főzőlapról és hűtsük le szobahőmérsékletűre.

5.1.3. Adjunk hozzá 10 ml acetont (3.3.), merítsük az elektródokat az oldat felszíne alá, és indítsuk meg a keverést. Titráljuk potenciometriásan 0,1 M-os ezüst-nitráttal (3.4.), és rajzoljuk fel a differenciálgörbét a végpont („V" ml) meghatározásához.

6. *Számítás*

Számítsuk ki a minta klór tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{klór (\% m/m)} = \frac{0{,}3545 \times V}{m}$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.1.) tömege grammban

és

V = a titrálás végpontjában a 0,1 M-os ezüst-nitrát térfogata milliliterben (5.1.3.)

7. *Megismételhetőség* [1]

4 % (m/m) klórtartalom esetén azonos mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,10 %-ot (m/m).

E. **Az alumínium atomok cirkónium atomokhoz és az alumínium és cirkónium atomok klóratomokhoz viszonyított arányának számítása**

1. *Az alumínium atomok cirkónium atomokhoz viszonyított arányának számítása*

Az Al: Zr arányt a következő képlettel számítjuk ki:

$$\text{Al : Zr arány} \frac{\text{Al \% (m/m)} \times 91{,}22}{\text{Zr \% (m/m)} \times 26{,}98}$$

2. *Az alumínium és cirkónium atomok klóratomokhoz viszonyított arányának számítása*

Az (Al + Zr): Cl arányt a következő képlettel számítjuk ki:

$$\text{(Al + Zr) : Cl arány} \frac{\frac{\text{Al \% (m/m)}}{26{,}98} + \frac{\text{Zr \% (m/m)}}{91{,}22}}{\frac{\text{Cl \% (m/m)}}{35{,}45}}$$

HEXAMIDIN, DIBRÓM-HEXAMIDIN, DIBRÓM-PROPAMIDIN ÉS KLÓR-HEXIDIN AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

1. *Cél és alkalmazási terület*

Ez a módszer a következő vegyületek minőségi és mennyiségi meghatározását írja le:

– hexamidin és sói, beleértve az izotianátot és a 4-hidroxi-benzoátot,

– dibróm-hexamidin és sói, beleértve az izotianátot,

– dibróm-propamidin és sói, beleértve az izotianátot,

– klór-hexidin-diacetát, -diglikonát és -dihidro-klorid kozmetikai termékekben.

2. *Fogalommeghatározás*

Az e módszerrel meghatározott hexamidin, dibróm-hexamidin, dibróm-propamidin és klór-hexidin koncentrációkat tömegszázalékban (% m/m) fejezzük ki.

3. *Alapelv*

Az azonosítást és meghatározást nagynyomású, fordított fázisú ionpár-folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg, amit ultraibolya spektrofotometriás detektálás követ. A hexamidint, dibróm-hexamidint, dibróm-propamidint és klór-hexidint a kromatográfiás oszlopon mért retenciós idejük alapján azonosítjuk.

[1] ISO 5725 szabvány szerint.

4. *Reagensek*

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie és HPLC-hez megfelelőnek.

4.1. Metil-alkohol

4.2. 1-heptánszulfonsav nátriumsója, monohidrát

4.3. Ecetsav (jégecet), (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.4. Nátrium-klorid

4.5. Mozgó fázisok

4.5.1. I. oldószer: 0,005 M-os 1-heptán-szulfonsav nátrium sója monohidrát (4.2.) metil-alkoholban (4.1.), pH 3,5 értékre beállítva jégecettel (4.3.).

4.5.2. II. oldószer: 0,005 M-os 1-heptán-szulfonsav nátrium sója monohidrát (4.2.) vízben pH 3,5 értékre beállítva jégecettel (4.3.).

Megjegyzés: Ha szükséges a csúcsok alakjának javítása, a mozgó fázist módosítani lehet, és a következőképpen lehet elkészíteni:

– I. oldószer: oldjunk fel 5,84 g nátrium-kloridot (4.4.) és 1,1013 g 1-heptán-szulfonsav nátriumsó monohidrátot (4.2.) 100 ml vízben. Adjunk hozzá 900 ml metil-alkoholt (4.1.), és a pH-t jégecettel állítsuk be 3,5 értékre,

– II. oldószer: oldjunk fel 5,84 g nátrium-kloridot (4.4,) és 1.1013 g 1-heptánszulfonsav nátriumsó monohidrátot (4.2.) 1 liter vízben, és a pH-t jégecettel állítsuk be 3,5 értékre.

4.6. Hexamidin diizotianát [$C_{20}H_{26}N_4O_2$ $2C_2H_6O_4S$]

4.7. Dibróm-hexamidin diizotianát [$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$ $2C_2H_6O_4S$]

4.8. Dibróm-propamidin diizotianát [$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$ $2C_2H_6O_4S$]

4.9. Klór-hexidin diacetát [$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$ $2C_2H_4O_2$]

4.10. Referencia oldatok: készítsünk 0,05 %-os (m/v) oldatokat a négy tartósítószer (4.6-4.9.) mindegyikéből az I. oldószer segítségével.

4.11. 3,4,4'-triklór-karbanilid (triklokarbán)

4.12. 4,4'-Diklór-3-(trifluormetil)karbanilid (halokarbán)

5. *Eszközök*

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

5.2. Nagynyomású folyadék-kromatográfia változtatható hullámhosszú ultraibolya detektorral

5.3. Analitikai oszlop: 30 cm hosszú, 4 mm belső átmérőjű rozsdamentes acél oszlop µ-Bondapack C_{18} 10 µm-es vagy ezzel megegyező töltetű.

5.4. Ultrahangos fürdő

6. *Azonosítás*

6.1. Mintaelőkészítés

Mérjünk be körülbelül 0,5 g mintát egy 10 ml-es mérőlombikba és töltsük fel a jelig az I. oldószerrel (4.5.1.). Tegyük be a mérőlombikot az ultrahangos fürdőbe (5.4.) 10 percre. Szűrjük vagy centrifugáljuk le az oldatot. Gyűjtsük össze a szűrletet vagy a felülúszó részt a kromatografáláshoz.

6.2. Kromatográfia

6.2.1. A mozgófázis gradiense

Idő (perc)	I. oldószer (% v/v) (4.5.1.)	II. oldószer (% v/v) (4.5.2.)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

6.2.2. Állítsuk be a mozgó fázis (6.2.1.) áramlási sebességét 1,5 ml/min értékre, az oszlop hőmérsékletét pedig 35 °C-ra.

6.2.3. Állítsuk a detektor hullámhosszát 264 nm-re

6.2.4. Fecskendezzünk be 10 µl-t mindegyik referenciaoldatból (4.10.), és vegyük fel a kromatogramokat.

6.2.5. Fecskendezzünk be 10 µl-t a mintaoldatból (6.1), és vegyük fel ennek kromatogramját.

6.3. Azonosítsuk, hogy hexamidin, dibróm-hexamidin, dibróm-propamidin vagy klór-hexidin ott van-e úgy, hogy a 6.2.5. pontban rögzített csúcs(ok) retenciós idejét(időit) hasonlítsuk össze a 6.2.4. pontban rögzített referencia oldatokéval.

7. *Mennyiségi meghatározás*

7.1. Mennyiségi meghatározás

Standard oldatok elkészítése.

Belső standard oldatként egy olyan tartósítószert (4.6–4.9.) használjunk, amely nincs a mintában. Ha ez nem lehetséges, triklókarbán (4.11.) vagy halokarbán (4.12.) használható.

7.1.1. A 6.3. pontban azonosított tartósítószer 0,05 %-os (m/v) törzsoldata az I. oldószerben (4.5.1.).

7.1.2. A belső standardként választott tartósítószer 0.05 %-os (m/v) törzsoldata az I. oldószerben (4.5.1.).

7.1.3. Mindegyik azonosított tartósítószerhez készítsünk négy standard oldatot úgy, hogy egy 10 ml-es mérőlombik sorozatba betöltünk az alábbi táblázatban megadott mennyiségű törzsoldatot az azonosított tartósítószerből (7.1.1.) és megfelelő mennyiségű törzsoldatot a belső standardból (7.1.2.). Töltsük fel a lombikokat a jelig az I. oldószerrel (4.5.1.), és keverjük meg őket.

Standard oldat	Belső standard törzsoldat	Azonosított tartósítószer törzsoldata	
	hozzáadott ml (7.1.2.)	hozzáadott ml (7.1.1.)	µg/ml (*)
I	1,0	0,5	25
II	1,0	1,0	50
III	1,0	1,5	75
IV	1,0	2,0	100

(*) Ezek az értékek példaként szerepelnek, és azonosított tartósítószerek olyan standard oldatokban lévő koncentrációinak felelnek meg, amelyek pontosan 0,05 % azonosított tartósítószer tartalmazó standard törzsoldatból készülnek.

7.2. Mintaelőkészítés

7.2.1. Mérjünk be nagy pontossággal kb. 0,5 g (p gramm) mintát egy 10 ml-es mérőlombikba, adjunk hozzá 1,0 ml-t a belső standard oldatból (7.1.2.) és 6 ml oldószert (4.5.1.), majd keverjük össze.

7.2.2. Tegyük be a lombikot az ultrahangos fürdőbe (5.4.) 10 percre. Töltsük fel a jelig az I. oldószerrel és keverjük meg. Centrifugáljuk le vagy szűrjük át egy hajtogatott szűrőpapíron. Gyűjtsük össze a szűrletet vagy a felülúszó részt (amit a konkrét eset határoz meg) a kromatografáláshoz.

7.3. Kromatográfia

7.3.1. Állítsuk be a mozgófázis gradiensét, áramlási sebességét, az oszlop hőmérsékletét és a detektor hullámhosszát a HPLC készüléken (5.2.) olyan értékekre, mint amilyenekre az azonosítás szakaszában (6.2.1–6.2.3.) szükség volt.

7.3.2. Fecskendezzünk 10 µl mintaoldatot (7.2.2.), és mérjük meg a csúcsterületeket. Ismételjük meg ezt a folyamatot további 10 µl-es mintaoldat részletekkel addig, amíg ellentmondásmentes eredményeket kapunk. Számítsuk ki az elemezni kívánt vegyület csúcsának területe és a belső standard csúcsának területe közötti arányát.

7.4. Kalibrálás

7.4.1. Fecskendezzünk be minden standard oldatból (7.1.3) 10 µl-t és mérjük meg a csúcsterületeket.

7.4.2. Számítsuk ki minden standard oldatra (7.1.3.) a hexamidin, dibróm-hexamidin, dibróm-propamidin vagy klór-hexidin csúcsok területének és a belső standard csúcs területének arányát. Vigyük fel a kalibrációs görbe ordinátájára ezeket az arányokat, míg a belső standard oldatokban lévő azonosított tartósítószerek megfelelő koncentrációit, mikrogramm/milliliter értékben, az abszcisszára.

7.4.3. A kalibrációs görbéről (7.4.2.) olvassuk le az azonosított tartósítószer 7.3.2. pontban számított csúcsterület aránynak megfelelő koncentrációját.

8. *Számítás*

8.1. Számítsuk ki a minta hexamidin, dibróm-hexamidin, dibróm-propamidin vagy klór-hexidin tartalmát tömegszázalékban a következő képlet segítségével:

$$\% \text{ (m/m)} = \frac{c}{1000 \times p} \times \frac{MW_1}{MW_2}$$

ahol:

p = a vizsgálati minta (7.2.1.) tömege grammban

c = a mintaoldatban lévő tartósítószer koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján

MW_1 = a jelen lévő tartósítószer alapformájának molekulasúlya

és

MW_2 = a megfelelő só (lásd a 10. pont) molekulasúlya.

9. *Megismételhetőség* ([1])

0,1 % (m/m) hexamidin-, dibróm-hexamidin-, dibróm-propamidin- vagy klór-hexidin-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség értéke nem haladhatja meg a 0,005 %-ot.

10. *A képlet szerinti súlyok táblázata*

Hexamidin	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Hexamidin diizotianát	$C_{20}H_{26}N_4O_2\ 2C_2H_6O_4S$	606,72
Hexamidin di-p-hidroxi-benzoát	$C_{20}H_{26}N_4O_2\ 2C_2H_6O_4$	630,71
Dibróm-hexamidin	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Dibróm-hexamidin diizotianát	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2\ 2C_2H_6O_4S$	764,51
Dibróm-propamidin	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$	470,18
Dibróm-propamidin diizotianát	$C_{17}H_{18}Br_2N_4\ O_2\ 2C_2H_6O_4S$	722,43
Klór-hexidin	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$	505,45
Klór-hexidin diacetát	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\ 2C_2H_4O_2$	625,56
Klór-hexidin diglukonát	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\ 2C_6H_{12}O_2$	897,76
Klór-hexidin dihidroklorid	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\ 2HCl$	578,37

([1]) ISO 5725 szabvány szerint.