31993L0073

ĦAMES DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI 93/73/KEE

tad-9 ta' Settembru 1993

dwar il-metodi ta' l-analiżi meħtieġa sabiex tiġi ċċekkjata l-kompożizzjoni tal-prodotti kosmetiċi

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

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

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 76/768/KEE tas-27 ta' Lulju 1976 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li għandhom x'jaqsmu mal-prodotti kosmetiċi [1], kif l-aħħar emendata bid-Direttiva 93/35/KE [2], u b'mod partikolari l-Artikolu 8(1) tagħha,

Billi d-Direttiva 76/768/KEE tipprovdi sabiex il-prodotti kosmetiċi jiġu ttestjati uffiċjalment bil-għan li jiġi żgurat illi jiġu sodisfatti l-kondizzjonijiet stabbiliti mid-dispożizzjonijiet Komunitarji dwar il-kompożizzjoni tal-prodotti kosmetiċi;

Billi l-metodi kollha meħtieġa ta' l-analiżi għandhom jiġu stabbiliti malajr kemm jista' jkun; billi diġà ttieħdu erba' passi bid-Direttiva tal-Kummissjoni 80/1335/KEE [3], kif emendata bid-Direttiva 87/143/KEE [4], id-Direttiva tal-Kummissjoni 82/434/KEE [5], kif emendata bid-Direttiva 90/207/KEE [6] u d-Direttivi tal-Kummissjoni 83/514/KEE [7] u 85/490/KEE [8]; billi l-mod kif jiġi identifikat u stabbilit in-nitrat tal-fidda, il-mod kif jiġi identifikat u stabbilit id-disulfid tas-selenju fix-*shampoos* ta' kontra l-brija, il-mod kif jiġu stabbiliti l-barju solubbli u l-*istrontium* solubbli fil-pigmenti fil-għamla ta' mluħ jew għadajjar, il-mod kif jiġi identifikat u stabbilit il-benżil ta' l-alkol, il-mod kif jiġi identifikat iż-żirkonju, il-mod kif jiġu stabbiliti ż-żirkonju, l-aliminju u l-klorin fil-prodotti kontra l-għaraq li mhumiex *aerosols* u l-mod kif jiġu identifiti u stabbiliti l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropamidin u l-kloreksidin, jikkostitwixxu l-ħames pass;

Billi l-miżuri pprovvduti f'din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat ta' l-addattament tad-Direttiva 76/768/KEE għall-progress tekniku,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jieħdu l-passi kollha meħtieġa sabiex jiżguraw illi matul it-testijiet uffiċjali tal-prodotti kosmetiċi:

— il-mod kif jiġi identifikat u stabbilit in-nitrat tal-fidda,

— il-mod kif jiġi identifikat u stabbilit id-dislufid tas-selenju fix-*shampoos* kontra l-brija,

— il-mod kif jiġu stabbiliti l-barju solubbli u l-*istrontium* solubbli fil-piġmenti fil-għamla ta' mluħ jew għadajjar,

— il-mod kif jiġi identifikat u stabbilit l-alkol tal-benżil,

— il-mod kif jiġi identifikat iż-żirkonju u l-mod kif jiġu stabbiliti ż-żirkonju, l-aliminju u l-klorin fil-prodotti kontra l-għaraq mhumiex *aerosols*,

— il-mod kif jiġu identifikati u stabbiliti l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropamidin u l-kloreksidin,

għandhom jitwettqu skond il-metodi deskritti fl-Anness.

[1] ĠU L 262, 27.9.1976, p. 169.
[2] ĠU L 151, 23.6.1993, p. 32.
[3] ĠU L 383, 31.12.1980, p. 27.
[4] ĠU L 57, 27.2.1987, p. 56.
[5] ĠU L 185, 30.6.1982, p. 1.
[6] ĠU L 108, 28.4.1990, p. 92.
[7] ĠU L 291, 24.10.1983, p. 9.
[8] ĠU L 295, 7.11.1985, p. 30.

Artikolu 2

1. L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, ir-regolamenti u d-dispożizzjonijiet amministrattivi meħtieġa sabiex jikkonformw ma' din id-Direttiva mhux aktar tard mit-30 ta' Settembru 1994. Għandhom jgħarrfu b'dan minnufih lill-Kummissjoni.

Meta l-Istati Membri jadottaw dawn id-dispożizzjonijiet, dawn għandu jkollhom referenza għal din id-Direttiva jew għandhom ikunu akkumpanjati minn din ir-referenza fil-waqt tal-pubblikazzjoni uffiċjali tagħhom. Il-proċedura għal din ir-referenza għandha tiġi adottata mill-Istati Membri.

2. L-Istati Membri għandhom jikkomunikaw lill-Kummissjoni d-dispożizzjonijiet tal-liġijiet nazzjonali li huma jadottaw fil-qasam kopert b'din id-Direttiva.

Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fid-9 ta' Settembru 1993.

Għall-Kummissjoni

Christiane SCRIVENER

Membru tal-Kummissjoni

ANNESS

IL-MOD KIF JIĠI IDENTIFIKAT U STABBILIT IN-NITRAT TAL-FIDDA FIL-PRODOTTI KOSMETIĊI

A. **Identifikazzjoni**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi l-mod kif jiġi identifikat in-nitrat tal-fidda bħala fidda fil-prodotti kosmetiċi akwei.

2. *Il-prinċipju*

Il-fidda tiġi identifikata mill-karatteristika ta' preċipitat abjad magħmula mill-joni tal-klorur.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika.

3.1. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 2 M

3.2. Is-soluzzjoni ta' l-ammonja: Iddilwa soluzzjoni kkonċentrata ta' l-idrossidu ta' l-ammonju (d20 = 0,88 g/ml) bi kwantità egwali ta' ilma u ħallat.

3.3. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku, 2 M

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Ċentrifugu

5. *Il-proċedura*

5.1. Ma' madwar 1g tal-kampjun f'tubu ċentrifugu żid 2 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idokloriku (3.1) qatra qatra sakemm il-preċipitazzjoni tkun ikkompletata; ħallat u ċċentrifuga

5.2. Warrab il-likwidu supernatant u aħsel il-preċipitat darba waħda b'ħames qatriet ta' ilma kiesaħ. Neħħi l-oġġetti maħsulin.

5.3. Żid kwantità ta' ilma egwali għal-massa tal-preċipitat fit-tubu ċentrifugu Għalli u ħawwad.

5.4. Iċċentrifuga sħun; neħħi l-likwidu supernatant.

5.5. Mal-preċipitat żid ftit qatriet tas-soluzzjoni ta' l-ammonja (3.2); ħawwad u ċċentrifuga.

5.6. Ma' qatra waħda ta' likwidu supernatant fuq ħġieġa żid ftit qatriet tas-soluzzjoni 2 M ta' l-aċidu nitriku (3.3).

5.7. Precipitat abjad jindika l-preżenza tal-fidda.

B. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu huwa xieraq sabiex jiġi stabbilit in-nitrat tal-fidda bħala fidda fil-prodotti kosmetiċi maħsuba li jiżbgħu x-xagħar ta' xfar il-għajnejn u x-xagħar ta' fuq il-ħuġbejn.

2. *Il-prinċipju*

Il-fidda tiġi stabbilita fil-prodott bl-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika.

3.1. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 0,02 M

3.2. *Is-soluzzjonijiet standard tal-fidda*

3.2.1. Aħżen soluzzjoni standard tal-fidda, 1 000 mg/ml f' 0,5 M soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku ('SpectrosoL' jew l-ekwivalenti)

3.2.2. Is-soluzzjoni standard tal-fidda, 100 mg/ml: ittrasferixxi permezz tal-pipetta 10 ml tas-soluzzjoni standard tal-fidda fil-ħażna (3.2.1) għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta'100-ml Żid il-volum b'0,02 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku (3.1) u ħallat. Din is-soluzzjoni standard għandha tkun imħejjija friska u maħżuna fi flixkun tal-laboratorju tal-ħġieġ b'kulur skur

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Spettrotometru ta' l-assorbiment atomiku imgħammar b'bozza tal-fidda bil-katodu moħfi

5. *Il-proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

Iżen b'mod preċiż madwar 0,1 g (m gram) ta' kampjun omoġenju tal-prodott. Ittrasferixxi b'mod kwantitattiv ġewwa l-flixkun tal-laboratorju volumetriku tal-litru u ikkompleta għall-volum b'0,02 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku (3.1) u ħallat.

5.2. Il-kondizzjonijiet għall-ispettrometru ta' l-assorbiment atomiku

Il-fjamma: aċitilena ta' l-arja

Il-*wavelength*: 338,3 nm

Il-korrezzjoni ta' l-isfond: iva

Il-kondizzjoni tal-karburant: irqiq; għall-assorbanza massima, iridu jkunu meħtieġa l-ottimizzazzjoni tal-għoli ta' l-ispiritiera u l-kondizzjonijiet tal-karburant.

5.3. Il-kalibrazzjoni

5.3.1. F'serje ta' fliexken tal-laboratorju volumetriċi ta' 100-ml ittrasferi permezz tal-pipetta 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 and 5,0 ml tas-soluzzjoni standard tal-fidda (3.2.2). Imla kull flixkun tal-laboratorju għall-volum b'0,02 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku u ħallat. Dawn is-soluzzjonijiet ikun fihom 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 u 5,0 mg fidda kull millilitru, rispettivament.

5.3.2. Kejjel l-assorbanza ta' 0,02 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku (3.1) u uża l-valur miksub bħala l-konċentrazzjoni żero għall-kurva tal-kalibrazzjoni. Kejjel l-assorbanza ta' kull standard tal-kalibrazzjoni tal-fidda (5.3.1). Ipplottja l-kurva tal-kalibrazzjoni li tirrelata l-valuri ta' l-assorbanza mal-konċentrazzjoni tal-fidda.

5.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

Kejjel l-assorbanza tas-soluzjoni tal-kampjun (5.1). Mill-kurva tal-kalibrazzjoni aqra l-konċentrazzjoni kollha tal-fidda li tikkorrispondi mal-valur ta' l-assorbanza miksub għas-soluzzjoni kampjun.

6. *Il-kalkolu*

Ikkalkola l-kontenut tan-nitrat tal-fidda tal-kampjun, f'perċentwali bil-massa (% m/m), billi tuża l-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{tan- nitrat tal-fidda}\ \frac{1{,}5748 \times c}{10 \times m}$$

fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud għall- analiżi (5.1);

u

c = il-konċentrazzjoni tal-fidda fis-soluzzjoni kampjun (5.1), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni.

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni* ([1])

Għal kontenut ta' nitrat tal-fidda ta' 4 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi kif jiġi stabbilit imwettqa b'mod parallel fuq l-istess kampjun ma għandhiex taqbeż iż-0,05 % (m/m).

IL-MOD KIF JIĠI IDENTIFIKAT U STABBILIT ID-DISULFID TAS-SELENJU FIX-*SHAMPOOS* KONTRA L-BRIJA,

A. **Identifikazzjoni**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi l-identifikazzjoni tad-disulfid tas-selenjui bħala selenju fix-xampuwoijirt kontra l-brija

2. *Il-prinċipju*

Is-selenju jiġi identifikat bil-karatteristika tal-kulur isfar għall-mionn lewn il-larinġa prodott bir-reazzjoni ma' l-urea u l-jodur tal-potassju.

([1]) ISO 5725

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika.

3.1. L-aċidu nitriku, ikkonċentrat (d_{20} = 1,42 g/ml)

3.2. L-urea

3.3. Is-soluzzjoni tal-jodur tal-potassju, 10 % (m/v): dewweb 10 g tal-jodur tal-potassju f'100 ml ilma

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Tubu tad-digestjoni, li jesa'100-ml

4.3. Diġestur tal-blokka msaħħna

4.4. Karti tal-filtru (Whatman No 42 jew l-ekwivalenti) jew 0,45 mm ta' filtru tal-membrana

5. *Il-proċedura*

5.1. Għal madwar 1 g tax-xampù f'tubu tad-diġestjoni (4.2) żid 2,5 ml aċidu nitriku kkonċentrat (3.1) u ddiġerixxi f'150 °C għal 30 minuta fuq diġestur tal-blokka msaħħna (4.3).

5.2. Iddilwa il-kampjun iddiġestit għal 25 ml ma' l-ilma u ffiltra minn ġol-karta tal-filtru jew filtru tal-membrana ta' 0,45 mm (4.4).

5.3. Ma' 2,5 ml tal-filtrat żid 5 ml ilma, 2,5 g urea (3.2) u għalli. Kessaħ u żid 1 ml tas-soluzzjoni tal-jodur tal-potassju (3.3).

5.4. Kulur isfar għal minn lewn il-larinġa li jiskura bil-ħeffa meta joqgħod jindika l-preżenza tas-selenju.

B. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu huwa xieraq sabiex jiġi stabbilit id-disuilfid tas-selenju bħala selenju fix-xampiwijiet kontra l-brija li jkun fihom sa 4,5 % (m/m) disulfid tas-selenju.

2. *Il-prinċipju*

Il-kampjun jiġi diġestit bl-aċidu nitriku u s-selenju fid-diġestjoni li tirriżulta stabbilit permezz ta' l-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' safa analitika.

3.1. L-aċidu nitriku, ikkonċentrat (d20 = 1,42 g/ml)

3.2. is-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku, 5 % (v/v): żid 50 ml aċidu nitriku kkonċentrat (3.1) ma' 500 ml ilma f'tazza tal-laboratorju biż-żennuna, billi tħawwad kontinwament. Ittrasferixxi din is-soluzzjoni fi flixkun tal-laboratorju volumetriku tal-litru u ikkompleta għall-volum bl-ilma.

3.3. Aħżen is-soluzzjoni standard tas-selenju, 1 000 mg/ml f'0,5 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku ('SpectrosoL' jew l-ekwivalenti)

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Tubu tad-digestjoni, li jesa'100-ml

4.3. Diġestur tal-blokka msaħħna

4.4. Karti tal-filtru (Whatman No 42 jew l-ekwivalenti) jew filtru tal-membrana ta' 0,45 mm

4.5. Spettrofotometru ta' l-assorbiment atomiku imgħammar b'bozza tas-selenju tal-katodu moħfi

5. *Il-proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

5.1.1. Iżen b'mod preċiż madwar 0,2 g (m gram) ta' kampjun omoġenju tax-xampù ġewwa tubu tad-diġestjoni (4.2).

5.1.2. Żid 5 ml ta' l-aċidu nitriku kkonċentrat (3.1) u ddiġerixxi f'150 °C għal siegħa fuq diġestur tal-blokka msaħħna (4.3).

5.1.3. Ħalli li s-soluzzjoni tiksaħ u dewweb f'100 ml ilma. Iffiltra permezz tal-karta tal-filtru jew filtru tal-membrana ta' 0.45 mm (4.4) u żomm is-soluzzjoni ffiltrata sabiex tiġi stabbilita.

5.2. Il-kondizzjonijiet għall-ispttrometrija ta' l-assorbiment atomiku

Il-fjamma: l-aċitilena ta' l-arja

Il-*wavelength*: 196,0 nm

Il-korrezzjoni ta' l-isfond: iva

Il-kondizzjoni tal-karburant: irqiq; għall-assorbanza massima, trid tkun meħtieġa l-ottimizzazzjoni tal-għoli ta' l-ispiritiera u tal-kondizzjoni tal-karburant.

5.3. Il-kalibrazzjoni

5.3.1. F'serje ta' fliexken tal-laboratorju volumteriċi ta' 100-ml, ittrasferiti permezz ta' pipetta 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 u 5,0 ml tas-soluzzjoni standard tal-ħażna tas-selenju (3.3). Żid kull flixkun tal-laboratorju għall-volum bi'5 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku(3.2) u ħallat. Dawn is-soluzzjonijiet ikun fihom 10, 20, 30, 40 u 5,0 mg fidda kull millilitru, rispettivament.

5.3.2. Kejjel l-assorbanza ta' 5 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku (3.2) u uża l-valur miksub bħala l-konċentrazzjoni żero tas-selenju għall-kurva tal-kalibrazzjoni. Kejjel l-assorbanza ta' kull standard tal-kalibrazzjoni tas-selenju (5.3.1). Ipplottja l-kurva tal-kalibrazzjoni li għandha x'taqsam mal-valuri ta' l-assorbanza mal-konċentrazzjoni tas-selenju.

5.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni kampjun (5.1.3). Mill-kurva tal-kalibrazzjoni aqra l-konċentrazzjoni kollha tas-selenju li tikkorrispondi għall-valur ta' l-assorbanza miksub għas-soluzzjoni kampjun.

6. *Il-kalkolu*

Ikkalkola l-kontenut tad-disulfid tas-selenju tal-kampjun, b'perċentwal bil-massa (% m/m), billi tuża l-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{tad-disulfid tas-selenju} = \frac{1{,}812 \times c}{100 \times m}$$

Fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud għall- analiżi (5.1.1);

u

c = il-konċentrazzjoni tas-selenju fis-soluzzjoni kampjun (5.1.3), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni* ([1])

Għal kontenut ta' disulfid tas-selenju ta' 1 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi paralleli ta' kif jiġu stabbiliti fuq l-istess kampjun m'għandhiex taqbeż iż-0,05 % (m/m).

IL-MOD KIF JIĠU STABBILITI L-BARJU SOLUBBLI U L-*ISTRONTIUM* SOLUBBLI FIL-GĦAMLA TA' MLUĦ JEW GĦADAJJAR

A. **Il-mod kif jiġi stabbilit il-barju solubbli**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi l-proċedura għalbiex jiġi estratt u jiġi stabbilit il-barju solubbli minn pigmenti tal-għamla ta' mluħ jew għadajjar.

2. *Il-prinċipju*

Il-pigment jiġi estratt b' 0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku taħt kondizzjonijiet iddefiniti u l-ammont tal-barju fl-estrattant stabbilit bl-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku.

([1]) ISO 5725

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika.

3.1. L-Etanol, assolut

3.2. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 0,07 M

3.3. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 0,5 M

3.4. Is-soluzjoni tal-klorur tal-potassju, 8 % (m/v): dewweb 16 g tal-klorur tal-potassju f'200 ml ta' 0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2).

3.5. Is-soluzzjonijiet standard tal-barju

3.5.1. Aħżen 1 000 mg/ml tas-soluzzjoni standard tal-barju f'0,5 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku ('SpectrosoL' jew l-ekwivalenti)

3.5.2. Is-soluzjoni standard tal-barju, 200 mg/ml: ittrasferixxi permezz ta' pipetta 10 ml tal-ħażna tas-soluzzjoni standard tal-barju (3.5.1) fi flixkun tal-laboratorju volumetriku ta'100-ml. Żid sal volum b'0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat.

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Strument tal-kejl tal-pH bi preċiżjoni ta' ± 0,02 unitajiet

4.3. Flixkun tal-laboratorju tat-taħwid bl-azzjoni tal-polz

4.4. Filtru tal-membrana bil-qies tal-pori ta' 0,45 mm

4.5. Spettrofotometru atomiku ta' l-asorbiment atromiku mgħammar b'bozza tal-barju bil-katodu moħfi

5. *Il-proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

5.1.1. Iżen b'mod preċiż madwar 0,5 g (m gram) ta' pigment għal ġewwa flixkun tal-laboratorju koniku. Għalbiex tiżgura volum biżżejjed għal aġitazzjoni effettiva ma għandux jintuża flixkun tal-laboratorju ta' kapaċità inqas minn 150-ml.

5.1.2. Żid permezz tal-pipetta 1,0 ml ta' etanol (3.1) u dawwar tond il-flixkun tal-laboratorju sabiex tiżgura illi l-pigment jixxarrab sewwa. Żid minn buretta l-ammont eżatt ta' 0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) meħtieġ sabiex jagħti l-poporzjon ta' volum ta' aċidu għall massa tal-pigment ta' eżattament 50 millilitri kull gramma. Ħalli l-volum totali ta' l-estratt inkluż l-etanol ikun V ml. Dawwar il-kontenut tal-flixkun tal-laboratorju għal ħames sekondi biex tiżgura t-taħlit sewwa tal-kontenut.

5.1.3. Bl-użu ta' strument tal-kejl tal-pH (4.2) kejjel il-pH tas-sospensjoni li tirriżulta u, jekk dan ikun aktar minn 1,5, żid 0,5 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.3) qatra qatra sakemm ikun fil-firxa ta' 1,4 sa 1,5

5.1.4. Agħlaq bit-tapp u xengel minnufih il-flixkun tal-laboratorju għal 60 minuta bl-użu ta' flixkun tal-laboratorju taċ-ċaqliq bl-azzjoni tal-polz (4.3). Il-flixkun tal-laboratorju taċ-ċaqliq irid jitħaddem f'veloċità qawwija biżżejjed għalbiex jipproduċi r-raġħwa. Iffiltra permezz ta' filtru tal-membrana ta' 0,45 mm (4.4) u iġbor il-filtrat. Tiċċentrifugax l-estratt qabel tiffiltrah. Ittrasferixxi bil-pipetta 5,0 ml tal-filtrat għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 50 ml; ikkompleta għall-volum b'0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat. Din is-soluzzjoni tiġi wżata wkoll sabiex jiġi stabbilit l-*istrontium* (il-Parti B).

5.1.5. Ittrasferixxi bil-pipetta għal ġol-flixkun tal-laboratorju volumetriku 100-ml tas-soluzzjoni tal-klorur tal-potassju (3.4) u alikwota (WBa ml) tal-filtrat iddilwit (5.1.4) sabiex iġġib il-konċentrazzjoni mistennija ta' bejn it-3 u l-10 mg barju f'kull millilitru. (Alikwota ta' 10 ml għandha tkun punt sodisfaċenti tal-bidu.) Żid mal-volum b'0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat.

5.1.6. Istabilixxi l-konċentrazzjoni tal-barju (5.1.5) permezz ta' l-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku fl-istess jum.

5.2. Il-kondizzjonijiet għall-ispettrometrija ta' l-assorbimnt atomiku

Il-fjamma: l-ossidu nitrju/l-aċetilena

Il-*Wavelength*: 553,5 nm

Il-korrezzjoni ta' l-isfond: le

Il-kondizzjoni tal-karburant irqiq; għall-assorbanza massima, huma meħtieġa l-ottimizzazjoni tal-għoli ta' l-ispiritiera u l-kondizzjonijiet tal-karburant.

5.3. Il-Kalibrazzjoni

5.3.1. F'serje ta' fliexken tal-laboratorju volumetriċi ta' 100-ml ittrasaferixxi permezz ta' pipetta 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 and 5,0 ml tas- soluzzjoni standard tal-barju (3.5.2). Għal ġo kull flixkun tal-laboratorju ittrasferixxi bil-pipetta 5,0 ml tas-soluzzjoni tal-klorur tal-potassju (3.4); ikkompleta għall-volum b'0,07 M tas-soluzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat. Dawn is-soluzzjonijiet ikun fihom 4,0, 2,0, 6,0, 8,0 u 5,0 mg fidda f'kull millilitru, rispettivament.

B'mod simili, ħejji soluzzjoni in bjank fejn tħalli barra s-soluzzjoni standard tal-barju.

5.3.2. Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni in bjank (5.3.1) u uża l-valur miksub bħala l-konċentrazzjoni żero tal-barju għall-kurva tal-kalibrazzjoni. Kejjel l-assorbanza ta' kull kalibrazzjoni standard tal-barju (5.3.1). Ipplottja kurva tal-kalibrazzjoni li jkollha x'taqsam mal-valuri ta' l-assorbanza għall-konċentrazzjoni tal-barju.

5.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni kampjun (5.1.5). Mill-kurva tal-kalibrazzjoni aqra l-konċentrazzjoni kollha tal-barju li tikkorrispondi mal-valur ta' l-assorbanza miksub għas-soluzzjoni kampjun.

6. *Il-kalkolu*

Il-kontenut tal-barju solubbli (% m/m) tal-pigment jiġi mogħti bil-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{tal- barju solubbli} = \frac{c \times V}{10 W_{Ba} \times m}$$

fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħuda għall-analiżi (5.1.1);

c = il-konċentrazzjoni tal-barju fis-soluzzjoni kampjun (5.1.5), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni;

V = il-volum totali tal-estrattant f'millilitri (5.1.2);

u

W_{Ba} = il-volum ta' l-estratt, f'millilitri, meħud fil-5.1.5.

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni*

L-aqwa stima disponibbli tal-kapaċità tat-tennija (l-ISO 5725) għal dan il-metodu hija ta' 0,3 % għall-kontenut tal-barju solubbli ta' 2 % (m/m).

8. *Kummenti*

8.1. Taħt ċerti kondizzjonijiet l-assorbanza tal-barju tista' tittejjeb bil-preżenza tal-kalċju. Dan jista' jiġi opponut biż-żieda ta' jonu tal-manjeżju f'konċentrazzjoni ta' 5 g f'kull litru [1].

8.2. L-użu ta' l-ispettrometrija ta' l-emissjoni plażma – ottika indotta akkoppjata huwa permess bħala alternattiva għall-ispettrometrija ta' l-assorbanza atomika bil-fjamma

B. **Il-mod kif jiġi stabbilit l-*istrontium* solubbli**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi l-proċedura sabiex jiġi estratt u stabbilit l-*istrontium* solubbli mill-pigmenti fil-għamla ta' mluħ jew għadajjar.

2. *Il-prinċipju*

Il-pigment jiġi estratt b' 0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku taħt kondizzjonijiet definiti u l-ammont ta' l-*istrontium* fl- estrattant stabbilit permezz ta' l-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku.

3. *Ir-Reagenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika.

3.1. L-Etanol, assolut

3.2. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 0,07 M

3.3. Is-soluzzjoni tal-klorur tal-potassju, 8 % (m/v): dewweb 16 g tal-klorur tal-potassju f'200 ml ta' 0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2).

[1] manjeżju bħala modifikatur biex jiġi stabbilit il-barju bl-ispettrometrija mill-emissjoni ta' fjamma atomika.

3.4. Is-soluzzjonijiet standard ta' l-*istrontium*

3.4.1. Aħżen 1 000 µg/ml tas-soluzzjoni standard ta' l-*istrontium* f' 0,5 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku ('Spectrosol' jew l-ekwivalenti)

3.4.2. Is-soluzzjoni standard ta' l-*istrontium*, 100 µg/ml: ittrasferixxi permezz ta' pipetta 10,0 ml tas-soluzzjoni standard ta' l-*istrontium* (3.4.1) fi flixkun tal-laboratorju volumetriku ta'100-ml. ikkompleta għall-volum b'0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat.

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Filtru tal-membrana b'qies tal-pori ta' 0,45 mm

4.3. Spettrofotometru imgħammar b'bozza ta' l-*istrontium* bil-katodu moħfi

5. *Il-Proċedura*

5.1. It-Tħejjija tal-kampjun

Is-soluzzjoni mħejjija fil-A.5.1.4 hija wżata biex tistabbilixxi l-kontenut ta' l-*istrontium* solubbli.

5.1.1. Ittrasferrixxi bil-pipetta għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' '100-ml 5,0 ml tas-soluzzjoni tal-klorur tal-potassju (3.3) u alikwota (WSr ml) tal-filtrat dilwit (A.5.1.4) sabiex iġġib konċentrazzjoni mistennija ta' bejn 2 u 5 mg ta' stronzju f'kull millilitru. (Alikwota ta' 25 ml għandha tkun sodisfaċenti.) Żid mal-volum b'0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat.

5.1.2. Istabilixxi l-konċentrazzjoni ta' l-*istrontium* tas-soluzzjoni (5.1.1) permezz ta' l-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku fl-istess jum.

5.2. Il-kondizzjonijiet għall-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku

Il-fjamma: l-ossidu nitrju/l-aċitilena

Il-*wavelength*: 460,7 nm

Il-korrezzjoni ta' l-isfond: le

Il-kondizzjoni tal-karburant: irqiq; għal assorbanza massima, trid tkunu meħtieġa l-ottimizzazzjoni tal-għoli ta' l-ispiritiera u l-kondizzjonijiet tal-karburant.

5.3. Il-Kalibrazzjoni

5.3.1. Ittrasferixxi bil-pipetta fil-fliexken tal-laboratorju volumetriċi ta' 100-ml 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 and 5,0 ml tas-soluzzjoni standard ta' l-*istrontium* (3.4.2). Ittrasferixxi bil-pipetta għal ġo kull flixkun tal-laboratorju 5,0 ml tas-soluzzjoni tal-klorur tal-potassju (3.3); ikkompleta għall-volum b'0,07 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat. Dawn is-soluzzjoniijiet ikun fihom 1,0, 2,0, 4,0, 4,0 u 5,0 mg ta' stronzju f'kull millilitru, rispettivament.

B'mod simili, ħejji soluzzjoni in bjank billi tħalli barra s-soluzzjoni standard ta' l-*istrontium*.

5.3.2. Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni in bjank (5.3.1) u uża l-valur miksub bħala l-konċentrazzjoni żero ta' l-*istrontium* għall-kurva tal-kalibrazzjoni. Kejjel l-assorbanza ta' kull wieħed mill-istandards tal-kalibrazzjoni ta' l-istrozju (5.3.1). Ipplottja kurva tal-kalibrazzjoni li tirrelata l-valuri ta' l-ogħla assorbanza mal-konċentrazzjoni ta' l-*istrontium*.

5.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni kampjun (5.1.1). Mill-kurva tal-kalibrazzjoni aqra l-konċentrazzjoni kollha ta' l-*istrontium* li tikkorrispondi mal-valur ta' l-assorbanza miksub għas-soluzzjoni kampjun.

6. *Il-kalkolu*

Il-kontenut ta' l-*istrontium* solubblii (% m/m) tal-pigment jiġi mogħti bil-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{ta' l } \textit{istrontium}\ \text{solubbli} = \frac{c \times V}{10 W_{Sr} \times m}$$

fejn:

il-m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħuda għall-analiżi (A.5.1.1);

il-c = il-konċentrazzjoni ta' l-*istrontium* fis-soluzjoni kampjun (5.1.5), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni;

il-V = il-volum totali ta' l-esrattant f'millilitri (A.5.1.2);

u l-W_{Sr} = il-volum tal-estratt, f'millilitri, meħud f'5.1.1.

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni*

L-aqwa stima disponibbli tal-kapaċità tat-tennija (ISO 5725) għal dan il-metodu hija ta' 0,09 % għal kontenut ta' stronzju solubbli ta' 0,6 % (m/m).

8. *Kummenti*

L-użu ta' l-ispettrometrija indotta bl-akkoppjar ta' l-emissjoni plażma - ottika huwa permess bħala alternattiva għall-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku.

IL-MOD KIF JIĠI IDENTIFIKAT U STABBILIT L-ALKOL TAL-BENŻIL FIL-PRODOTTI KOSMETIĊI

A. **L-Identifikazzjoni**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi l-identifikazzjoni ta' l-alkol tal-benżil fil-prodotti kosmetiċi.

2. *Il-Prinċipju*

L-alkol tal-benżil jiġi identifikat permezz tal-kromatografija tas-saff irqiq fuq il-folji tal-ġel tas-silika.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika.

3.1. L-alkol tal-benżil

3.2. Il-kloroform

3.3. L-Etanol, assolut

3.4. Il-n-Pentan

3.5. Is-solvent ta' l-iżvilupp: l-etere dietil

3.6. Is-soluzzjoni standard ta' l-alkol tal-benżil: iżen 0,1 g ta' alkol tal-benżil (3.1) ġewwa flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 100-ml, ikkompleta għall-volum bl-etanol (3.3) u ħallat.

3.7. Folji tal-kromatografija tas-saff irqiq, ħġieġ, 100 x 200 mm jew 200 x 200 mm, miksija b'saff ta' 0,25 mm tal-ġel tas-silika 60 F_{254}

3.8. L-aġent tal-viżwalizzazjoni: l-aċidu 12-molibdofosforiku, 10 % (m/v) fl-etanol (3.3).

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali għall-kromatografija tas-saff irqiq

4.2. Tank tal-kromatografija, kamra b'żewt iħwat, qisien ġenerali ta' madwar 80 mm x 230 mm x 240 mm

4.3. Karta tal-kromatografija: Whatman, jew l-ekwivalenti

4.4. Bozza ultra-violet, ta' *wavelength* 254 nm.

5. *Il-Proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

Iżen 1,0 g tal-prodott li jrid jiġi analizzat fi flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 10-ml. Żid 3 ml tal-kloroform (3.2) u ħawwad bil-qawwi sakemm il-prodott jiġi dispers. Żid mal-volum l-etanol (3.3) u xengel bil-qawwi biex tipproduċi soluzzjoni ċara, jew kważi ċara.

5.2. Il-kromatografija tas-saff irqiq

5.2.1. Issatura t-tank tal-kromatografija (4.2) bl-n-pentan (3.4) kif ġej: iksi l-ħajt tal-kamra maġenb li jmiss mad-dahar bil-karta tal-kromatografija (4.3), filwaqt li tiżgura illi t-tarf ta' isfel tal-karta ikun fil-ħawt. Ittrasferixxi 25 ml ta' l-n-pentan (3.4) għal ġol-ħawt ta' wara billi tferragħ dan is-solvent fuq il-wiċċ espost tal-kisja tal-karta tal-kromatografija. Erġa' minnufih qiegħed il-għatu f'postu u ħalli t-tank joqgħod għal 15-il minuta.

5.2.2. Iddeposita 10 µl tas-soluzzjoni kampjun (5.1) u 10 µl tas-soluzzjoni standard ta' l-alkol tal-benżil (3.6) f'punti xierqa fuq il-linja tal-bidu ta' folja kromatografika tas-saff irqiq (3.7). Ħalli sakemm jinxef.

5.2.3. Ippipettja 10 ml ta' etere dietil (3.5) għal ġol-ħawt ta' quddiem tat-tank u minnufih wara qiegħed il-folja (5.2.2) fl-istess ħawt. Erġa' qiegħed il-għatu tat-tank minnufih f'postu u żviluppa l-folja kromatografika fuq distanza ta' 150 mm. Neħħi l-folja mit-tank tal-kromatografija u stenna sakemm tinxef f'temperatura ambjentali.

5.2.4. Osserva l-folja (5.2.3) taħt dawl ultra-violet u mmarka l-pożizzjoni tat-tikek vjola. Isprejja l-folja bl-aġent tal-viżwalizzazzjoni (3.8) u mbagħad saħħan il-folja f'temperatura ta' 120 °C għal madwar 15-il minuta. L-alkol tal-benżil jidher bħala dabra blu skura.

5.2.5. Ikkalkola l-valur tar-R_f miksub mis-soluzzjoni standard ta' l-alkol tal-benżil. Dabra blu skura bl-istess valur tar-R_f miksub mis-soluzzjoni kampjun tindika l-preżenza ta' l-alkol tal-benżil.

Il-limitu tal-kxif: 0,1 m µg alkol tal-benżil

B. **Il-mod kif jiġi stabbilit**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi il-mod kif jiġi stabbilit l-alkol tal-benżil fil-prodotti kosmetiċi.

2. *Id-definizzjoni*

L-ammont ta' l-alkol tal-benżil stabbilit b'dan il-metodu huwa espress bħala perċentwali tal-massa (% m/m).

3. *Il-Prinċipju*

Dan il-kampjun jiġi estratt bil-metanol u l-ammont ta' l-alkol tal-benżil fl-estratt jiġi stabbilit bil-kromatografija tal-qadi qawwi tax-xogħol likwida (HPLC).

4. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha għandhom ikunu ta' safa analitika u xierqa għall-HPLC, meta approprjat.

4.1. Il-metanol

4.2.4. Il-4-etossifenol

4.3. L-alkol tal-benżil

4.4. Il-fażi mobbli: metanol (4.1)/ilma (45: 55; v/v)

4.5. Is-soluzzjoni ta' l-alkol tal-benżil tal-ħażna: iżen b'mod preċiż madwar 0,1 g ta' alkol tal-benżil (4.3) fi flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 100-ml. Ikkompleta għall-volum bil-metanol (4.1) u ħallat.

4.6. Is-soluzzjoni interna standard tal-ħażna: iżen b'mod preċiż madwar 0,1 g ta' l-4-etossifenol(4) fi flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 100-ml. Ikkompleta għall-volum bil-metanol (4.1) u ħallat.

4.7. Is-soluzzjon standard: f'serje ta' fliexken tal-laboratorju volumetriċi ta' 25-ml, ittrasferixxi bil-pipetta ammonti tas-soluzzjoni ta' l-alkol tal-benżil tal-ħażna (4.5) u s-soluzzjoni interna standard tal-ħażna (4.6) skond it-tabella ddikjarata hawn taħt. Ikkompleta għall-volum bil-metanol (4.1) u ħallat.

Is-soluzzjoni standard	Il-konċentrazzjoni ta' l-alkol tal-benżil		Il-konċentrazzjoni ta' l-4-etossifenol	
	ml (4.5) miżjuda	µg/ml (*)	ml (4.6) miżjuda	µg/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

(*) Dawn il-valuri huma moghtija bħala indikazzjoni u jikkorrispondu mal-konċentrazzjoni tas-soluzzjonijiet standard imħejjija bl-użu tas-soluzzjonijiet ta' l-alkol tal-benżil (4.5) u l-4-etossifenol (4.6) li fihom eżattament 0,1 % (m/v) ta' alkol tal-benżil u eżattament 0,1 % (m/v) ta' 4-etossifenol, rispettivament.

5. *L-apparat*

5.1. L-apparat normali tal-laboratorju

5.2. L-apparat tal-kromatografija tal-qadi qawwi tax-xogħol b'istrument tal-kxif ta' *wavelength*s varjabbli ultra-violet u ċirku ta' l-injezzjoni ta' 10 µl

5.3. Kolonna analitika: kolonna ta' l-azzar stainless 250 mm x 4,6 mm ippakkjata b'5 µm Spherisorb ODS, jew l-ekwivalenti.

5.4. Banju ta' lilma

5.5. Banju ultrasoniku

5.6. Ċentrifugu

5.7. Tubi taċ-ċentrifugazzjoni, li jesgħu15-ml

6. *Il-Proċedura*

6.1. It-tħejjija tal-kampjun

6.1.1. Iżen b'mod preċiż madwar 0,1 g (m gram) tal-kampjun f'tubu taċ-ċentrifugazzjoni (5.7) u żid 5 ml metanol (4.1.).

6.1.2. Saħħan għal 10 minuti f'banju ta' l-ilma (5.4) miżmum f'temperatura ta' 50 °C, imbagħad it-tubu f'banju ultrasoniku (5.5) sakemm il-kampjun ikun dispers għal kollox.

6.1.3. Kessaħ, imbagħad iċċentrifuga fi 3 500 rpm għal ħames minuti.

6.1.4. Ittrasferixxi l-likwidu supernatant għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku tal-25-ml.

6.1.5. Erġa' agħmel estrazzjoni tal-kampjun b'5 ml oħra tal-metanol (4.1). Għaqqad l-estratti fi flixkun tal-laboratorju volumetriku tal-25-ml.

6.1.6. Ittrasferixxi bil-pipetta 2,0 ml tas-soluzzjoni interna standard tal-ħażna (4.6) għal ġol-flixkun tal-laboratorju volumetriku tal-25-ml. Ikkompleta għall-volum bil-metanol (4.1) u ħallat. Din is-soluzzjoni hija wżata fl-istadju tal-mod kif tiġi stabbilita ta' l-analiżi deskritta f'6.4.

6.2. Il-kromatografija

6.2.1. Ibni l-apparat tal-kromatografija tal-qadi qawwi tax-xogħol likwida (5.2) bil-mod tas-soltu. Aġġusta r-rata taċ-ċirkolazzjoni tal-faži mobbli (4.4) għal 2,0 ml kull minuta.

6.2.2. Issettja l-*wavelength* ta' l-istrument tal-kxif UV (5.2) għal 210 nm.

6.3. Il-kalibrazzjoni

6.3.1. Injetta 10 µl ta' kull waħda mis-soluzzjonijiet standard ta' l-alkol tal-benżil (4.7) u kejjel iż-żoni ta' l-alkol tal-benżil u ż-żoni l-iktar għolja ta' l-4-etossifenol

6.3.2. Għal kull waħda mis-soluzzjonijiet standard ta' l-alkol tal-benżil (4.7) ikkalkola l-proporzjon taż-żona l-iktar għolja/iż-żona tal-benżil alkol ma' l-4-etossifenol. Ipplottja l-kurva tal-kalibrazzjoni billi tuża dawn il-proporzjonijiet bħala l-ordinat u l-konċentrazzjonijiet korrispondenti ta' l-alkol tal-benżil f' µg f'kull millilitru bħala l-axxissa.

6.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

6.4.1. Injetta 10 µl tas-soluzzjoni kampjun (6.1.6) u kejjel iż-żoni ta' l-alkol tal-benżil u ż-żoni l-iktar għolja ta' l-4-etossifenol Ikkalkola l-proporzjon taż-żona l-iktar għolja/iż-żona ta' l-alkol tal-benżil ma' l-4-etossifenol. Irrepeti dan il-proċess b'iktar alikwoti tal-10 µl tas-soluzzjoni kampjun sakemm jinkisbu riżultati konsistenti.

6.4.2. Mill-kurva tal-kaliobrazzjoni (6.3.2) aqra l-konċentrazzjoni kollha ta' l-alkol tal-benżil li tikkorrispondi mal-propozjon taż-żona l-iktar għolja/żona ta' l-alkol tal-benżil ma' l-4-etossifenol.

7. *Il-kalkolu*

Ikkalkola l-kontenut ta' l-alkol tal-benżil tal-kampjun, bħala perċentwali bil-massa billi tuża l-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{ta' benzyl alcohol} = \frac{c}{400 \times m}$$

fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħuda għall-analiżi (6.1.1);

u

c = il-konċentrazzjoni ta' l-alkol tal-benżil fis-soluzzjoni kampjun (6.1.6), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksub mill-kurva tal-kalibrazzjoni;

8. *Ir-rata ta' repetizzjoni* ([1])

Għal kontenut ta' l-alkol tal-benżil ta' 1 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi paralleli ta' kif jiġu stabbiliti fuq l-istess kampjun ma għandhiex taqbeż iż-0,10 %.

([1]) ISO 5725

IL-MOD KIF JIĠI IDENTIFIKAT IŻ-ŻIRKONJU U STABBILITI Ż-ŻIRKONJU, L-ALUMINJU U L-KLORIN FIL-PRODOTTI KONTRA L-GĦARAQ LI MHUMIEX *AEROSOLS*

Dan il-metodu jikkonsisti f'ħames stadji:

A. L-Identifikazzjoni tż-żirkonju

B. Il-mod kif jiġi stabbilit iż-żirkonju

Ċ. Il-mod kif jiġi stabbilit l-aluminju

D. Il-mod kif jiġi stabbilit il-klorin

E. Il-kalokolui tal-proporzjonijiet ta' l-atomi ta' l-aluiminju għall-atomi taż-żirkonju, u ta' l-atromi ta' l-aliuminju flimkien ma' taż-żirkonju għall-atomi talklorin

A. **L-identifikazzjoni taż-żirkonju**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Il-metodu jiddeskrivi l-identifikazzjoni taż-żirkonju fil- prodotti kosmetiċi mhux *aerosols* kontra l-għaraq. Ma sar l-ebda tentattiv sabiex jiddeskrivi l-metodi xierqa għall-identifikazzjoni tal-kumpless aluminju żirkonju idrossidu tal-klorur ($Al_xZ_r(OH)_yCl_z.nH_2O$).

2. *Il-Prinċipju*

Iż-żirconju jiġi identifikat bil-kratteristika tal-preċipitat aħmar-vjola protdol bl-aliżarin aħmar S taħt kondizzjonijiet aċiduži qawwija.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' safa analitika.

3.1. L-aċidu idrokloriku, ikkonċentrat (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. L-Aliżarin aħmar S (CI. 58005) is-soluzzjoni: 2 % (m/v) is-sulfonat ilmi tas-sodju aliżarin.

4. *L-apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

5. *Il-Proċedura*

5.1. Ma' madwar 1 g tal-kampjun ġot-tubu tat-test żid 2 ml ilma. Agħlaq bit-tapp u ħawwad.

5.2. Żid tliet taqtiriet tas-soluzzjoni ta' l-aliżarin aħmar S (3.2) segwit b'2 ml ta' l-idrokloriku kkonċentrat (3.1). Agħlaq bit-tapp u ħawwad.

5.3. Ħalli joqgħod għal madwar żewġ minuti.

5.4. Is-soluzzjoni u l-preċipitat ikkuluriti aħmar-vjola u supernatanti jindikaw il-preżenza taż-żirkonju.

B. **Il-mod kif jiġi stabbilit iż-żirkonju**

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu huwa xieraq sabiex jiġi stabbilit iż-żirkonju fil-kumplessi aluminju żirkonju idrossidu tal-klorur sa konċentrazzjoni massima ta' 7,5 % (m/m) żirkonju dil-prodotti mhux *aerosols* kontra l-għaraq.

2. *Il-Prinċipju*

Iż-żirkonju jiġi estratt mill-prodott taħtkondizzjonijiet aċiduži u stabbilit bl-ispettrometrija bil-fjamma għall-assorbiment atomiku.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' safa analitika.

3.1. L-aċidu idrokloriku, ikkonċentrat (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 10 % (v/v): żid 100 ml aċidu idrokoriku kkonċentrat (3.1) ma' 500 ml ilma f'tazza tal-laboratorju biż-żennuna, filwaqt li tħawwad kontinwament. Ittrasferixxi din is-soluzzjoni għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' litru u ikkompleta għall-volum bl-ilma.

3.3. Aħżen is-soluzzjoni standard taż-żirkonju, 1 000 mg/ml f' 0,5 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku ('SpectrosoL' jew l-ekwivalenti)

3.4. Il-klorur ta' l-aluminju (idrat) ($AlCl_3.6H_2O$): ir-reaġent: dewweb 22,6 g ta' l-eksadrat tal-klorur ta' l-aluiminju f'250 ml ta' 10 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċida idrokloriku (3.2).

3.5. Ir-reaġent tal-klorur ta' l-ammonju reagent: dewweb 5,0 g klorur ta' l-ammonju f'250 ml ta' 10 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2).

4. *L-Apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Heater b'għodda tat-taħwid manjetika

4.3. Karta tal-filtru (Whatman Nru 41 jew l-ekwivalenti)

4.4. Spettrometru ta' l-ssorbiment atomiku mgħammar b'bozza taż-żirkonju bil-katodu moħfi

5. *Il-Proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

5.1.1. Iżen b'mod preċiż madwar 1,0 g (m gram) ta' kampjun omoġenju tal-prodott ġewwa tazza tal-laboratorju biż-żennuna li tesa' 150-ml. Żid 40 ml ilma u 10 ml ta' l-ċidu idrokloriku kkonċentra (3.1).

5.1.2. It-tazza tal-laboratorju biż-żennuna fuq heater li jkollu għodda tat-taħwid manjetika (4.2). Ibda ħawwad u saħħan sakemm jgħali. Għalbiex tipprevjient l-inxif bil-ħeffa ħġieġa-arloġġ fuq it-tazza tal-laboratorju biż-żennuna. Għalli għal ħames minuti, neħħi t-tazza tal-laboratorju biż-żennuna mis-sħana u kessaħ f'temperatura ambjentali.

5.1.3. Bl-użu tal-karta tal-filtru (4.3), iffiltra l-kontenut tat-tazza tal-laboratorju biż-żennuna għal ġewwa flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 100-ml. Laħlaħ it-tazza tal-laboratorju biż-żennuna b'żewġ porzjonijiet ta' 10 ml ilma u żid il-ħasliet wara li jiġu ffiltrati għal ġol-flixkun tal-laboratorju. Żid l-ilma mal-volum u ħallat. Din is-soluzzjoni hija wżata wkoll sabiex jiġi stabbilit l-aluminju (il-Parti Ċ).

5.1.4. Ittrasferixxi bil-pipetta għal ġol flixkun tal-laboratorju volumetriku tal- 50-ml 20,00 ml tas-soluzzjoni kampjun (5.1.3), 5,00 tar-reaġent tal-klorur ta' l-aluminju (3.4), u 5,00 ml tar-reaġent tal-klorur ta' l-ammonju (3.5). Żid mal-volum 10 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat.

5.2. Il-kondizzjonijiet għall-ispettromtrija ta' l-assorbiment atomiku

Il-fjamma: l-ossiku nitrju/l-aċitikena

Il-*wavelength*: 360,1 nm

Il-korrezzjoni ta' l-isfond: le

Il-kondizzjoni tal-karburant: sinjura; għal assobanza massima, trid tinħtieġ l-otimizzazzjoni tal għoli ta' l-ispiritiera.

5.3. Il-Kalibrazzjoni

5.3.1. Ittrasferixxi bil-pipetta għal serje ta' fliexken tal-laboratorju volumtriċi ta' 50-ml 5,00, 10,00, 15,00, 20,00 u 25,00 ml tas-soluzzjoni standard taż-żirkonjui (3.3).Ittrasferixxi bil-pipetta fħal ġo kull wieħed mill-fliexken tal-laboratorju volumetriċi 5,00 ml tar-reaġent tal-klorur ta' l-aluminju (3,4) u 5,00 ml tar-reaġent tal-klorur ta' l-ammonju (3.5) Żid mal-volum 10 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat. Dawn is-soluzzjonijiet ikun fihom 100, 200, 300, 400 u 500 mg taż-żirconju f'kull millilitru, rispettivament.

Bl-istess mod, ħejji soluzzjoni in bjank billi tħalli barra s-soluzzjoni standard taż-żirkonju.

5.3.2. Kejjel issoluzzjoni in bjank ta' l-assorbazal (5.3.1) u uża l-valur miksub bħala l-konċentrazzjoni żero taż-żirkonju għall-kurva tal-kalibrazzjoni. Kejjel l-assorbanza ta' kull standard taż-żirkonju tal-kalibrazzjoni(5.3.1). Ipplottja kura tal-kalibrazzjoni li tirreleata l-valuri ta' l-assorbanza mal-valuri tal-konċentrazzjoni taż-żirkonju.

5.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni kampjun (5.1.4). Mill-kureva tal-kalibrazzjoni aqra l-konċentrazzjoni kollha taż-żirkonju li tikkorrispondi mal-valur ta' l-assorbanza miksub għassluzzjoni kampjun.:

6. *Il-Kalkolu*

Ikkalkola l-kontenut taż-żirkonju tal-kampjun, fil-perċentwal fil-massa, billi tuża l-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{ta' zirconium} = \frac{c}{40 \times m}$$

fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud għall-analiżi (5.1.1);

u

c = il-konċentrazzjoni taż-żirkonju fis-soluzzjoni kampjun (5.1.4), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni.

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni* [1]

Għal kontenut taż-żirkonju ta' 3,00 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi paralleli ta' kif jiġi stabbiliti fuq l-istess kampjun ma għandhiex taqbeż iż-0,10 % (m/m).

8. *Kumment*

L-użu ta' l-ispettrometrija ta' l-emisjoni indotta bl-akkoppjar plażma ottika huwa permess bħala alternattiva għal l-ispettrometrija tal-fjamma għall-assorbiment atomiku.

Ċ. Il-mod kif jiġi stabbilit l-aluminju

1. *L-iskop u l-firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu huwa xieraq sabiex jiġi stabbilit l-aluminju preżenti fil-kumplessi aluminju żirkonju idrossidu tal-klorur sa konċentrazzjoni massima ta' 12 % (m/m) ta' l-aluminju fil-prodotti kontra l-għaraq li mhumiex *aerosols*.

2. *Il-Prinċipju*

L-aluminju jiġi estratt mill-prodott taħt kondizzjonijiet aċiduż u stabbilit bl-ispettrometrija bil-fjamma ta' l-assorbiment atomiku.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' safa analitika.

3.1. L-aċidu idrokloriku, ikkonċentrat (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku, 1 % (v/v): żid 10 ml aċidu idrokloriku kkonċentrat (3.1) ma' 500 ml ta' ilma f'tazza tal-laboratorju biż-żennuna, filwaqt li tħawwad kontinwament. Ittrasferixxi din is-soluzzjoni għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' litru u ikkompleta għall-volum bl-ilma.

3.3. Aħżen is-soluzzjoni standard ta' l-aluminju, 1 000 µg/ml f' 0,5 M tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku ('SpectrosoL' jew l-ekwivalenti)

3.4. Ir-reaġent tal-klorur tal-potassju: dewweb 10,0 g tal-klorur tal-potassju f'250 ml ta' 1 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2).

4. *L-Apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Spettrofotometru ta' l-assorbiment atomiku mgħammar b'bozza ta' l-aluminji bil-katodu moħfi

5. *Il-Proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

Is-soluzzjoni mħejjija fil-B.5.1.4 hija wżata sabiex tistabbilixxi l-kontenut ta' l-aluminju.

5.1.1. Ittrasferixxi bil-pipetta għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 100-ml 5,00 ml tas-soluzzjoni kampjun (B.5.1.3) u 10,00 ml tar-reaġent tal-klorur tal-potassju (3.5). Ikkompleta għall-volum b'1 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat.

5.2. Il-kondizzjonijiet għall-ispettrometrija ta' l-assorbiment atomiku

Il-fjamma: l-ossidu nitrju/l-aċitilena

Il-*wavelength*: 309,3 nm

Il-korrezzjoni ta' l-isfond: le

Il-kondizzjoni tal-karburant sinjur; għal assorbanza massima, iridu jinħtieġu l-ottimizzazzjoni tal-għoli ta' l-ispiritiera u l-kondizzjonijiet tal-karburant.

5.3. Il-Kalibrazzjoni

5.3.1. Ittrasferixxi bil-pipetta għal ġo serje ta' fliexken tal-laboratorju volumetriċi ta' 100-ml 1,00, 2,00, 3,00, 4,00 u 5,00 ml tas-soluzzjoni standard ta' l-aluminju (3.3). Ittrasferixxi bil-pipetta għal ġo kull wieħed mill-fliexken tal-laboratorju volumetriċi 10,0 ml tas-soluzzjoni tal-klorur tal-potassju (3.4); ikkompleta għall-volum b'1 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu idrokloriku (3.2) u ħallat. Dawn is-soluzzjonijiet ikun fihom 10, 20, 30, 40 u 50 µg ta' aluminju f'kull millilitru, rispettivament.

B'mod simili, ħejji soluzzjoni in bjank filwaqt li tħalli barra s-soluzzjoni standard ta' l-aluminu.

[1] ISO 5725

5.3.2. Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni in bjank (5.3.1) u uża l-valur miksub bħala l-konċentrazzjoni żero ta' l-aluminju għall-kurva tal-kalibrazzjoni. Kejjel l-assorbanza ta' kull wieħed mill-istandards tal-kalibrazzjoni ta' l-aluminju. Ipplottja l-kurva tal-kalibrazzjoni li tirrelata l-valuri ta' l-assorbanza mal-konċentrazzjoni ta' l-aluminju.

5.4. Il-mod kif jiġi stabbilit

Kejjel l-assorbanza tas-soluzzjoni kampjun (5.1.1). Mill-kurva tal-kalibrazzjoni aqra l-konċentrazzjoni ta' l-aluminju li tikkorrispondi mal-valur ta' l-assorbanza miksub għas-soluzzjoni kampjun.

6. *Il-kalkolu*

Ikkalkula l-kontenut ta' l-aluminju tal-kampjun, f'perċentwal bil-massa, billi tuża l-formola:

$$\%\ (m/m)\ \text{ta' l-aluminju} = \frac{c}{5 \times m}$$

fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud għall-analiżi (B.5.1.1);

u

c = il-konċentrazzjoni ta' l-aluminju fis-soluzzjoni kampjun (5.1.1), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni.

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni* ([1])

Għal kontenut ta' aluminju ta' 3,5 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi paralleli ta' kif jiġu stabbiliti fuq l-istess kampjun ma għandhiex taqbeż iż-0,10 % (m/m).

8. *Kumment*

L-użu ta' l-ispettrometrija ta' l-emissjoni indotta bl-akkoppjar plażma - ottika huwa permess bħala alternattiva għall-ispettrometrija tal-fjamma ta' l-assorbiment atomiku.

D. **Il-mod kif jiġi stabbilit il-klorin**

1. *L-iskop u l-firxa ta' kif jiġi stabbilit*

Dan il-metodu huwa xieraq għall-mod kif jiġi stabbilit il-klorin preżenti bħala jonu tal-klorur fil-kumplesi aluminju żirkonkju idrossid tal-klorur fil-prodotti kontra l-għaraq mhumiex *aerosols*.

2. *Il-Prinċipju*

Jonu tal-klorur fil-prodott jiġi stabbilit bit-titrazzjoni potenzjometrika kontra s-soluzzjoni standard tan-nitrat tal-fidda.

3. *Ir-reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' safa analitika.

3.1. L-aċidu nitriku, ikkonċentrat (d_{20} = 1,42 g/ml)

3.2. Is-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku, 5 % (v/v): żid 25 ml ta' l-aċidu nitriku kkonċentrat (3.1) ma' 250 ml ilma f'tazza tal-laboratorju biż-żennuna, filwaqt li tħawwad kontinwament. Ittrasferixxi din is-soluzzjoni għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 500-ml u ikkompleta għall-volum bl-ilma.

3.3. L-Aċetone

3.4. In-nitrat tal-fidda, soluzzjoni volumterika ta' 0,1 M ('AnalaR' jew l-ekwivalenti).

4. *L-Apparat*

4.1. L-apparat normali tal-laboratorju

4.2. Ħeater b'għodda tat-taħwid manjetika

4.3. Elettrodu tal-fidda

4.4. Elettrodu tal-kalomel tar-referenza

4.5. Arloġġ pH/milli-volt xieraq għat-titrazzjoni potenzjonetrika

([1]) ISO 5725

5. *Il-Proċedura*

5.1. It-tħejjija tal-kampjun

5.1.1. Iżen b'mod preċiż f'tazza tal-laboratorju biż-żennuna ta' 250 ml madwar 1,0 g (m gram) ta' kampjun omoġenju tal-prodott. Żid 80 ml ilma u 20 ml ta' 5 % (v/v) tas-soluzzjoni ta' l-aċidu nitriku (3.2).

5.1.2. Qiegħed it-tazza biż-żennuna fuq heater li jkollu għodda li tħawwad manjetika (4.2). Ibda ħawwad u saħħan sakemm jagħli. Sabiex tipprevjieni l-inxif bil-ħeffa qiegħed ħġiega-arloġġ fuq it-tazza tal-laboratorju biż-żennuna. Għalli għal ħames minuti, neħħi t-tazza tal-laboratorju biż-żennuna mis-sħana u kessaħ għal temperatura ambjentali.

5.1.3. Żid 10 ml ta' l-aċetone (3.3), għaddas l-elettrodi (4.3 and 4.4) taħt il-wiċċ tas-soluzzjoni u ibda ħawwad. Ittitra potenzjometrikament kontra 0,1 M tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda (3.4) u ipplottja l-kurva differenzjali sabiex tistabilixxi l-punt tat-tmiem (il-V ml).

6. *Il-kalkolu*

Ikkalkola l-kontenut tal-klorin fil-kampjun, f'perċentwal bil-massa, billi tuża l-formula:

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

fejn:

m = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud għall-analiżi (5.1.1);

u

V = il-volum ta' 0,1 M nitrat tal-fidda, f' millilitri, ittitrat fil-punt tat-tmiem (5.1.3).

7. *Ir-rata ta' repetizzjoni* ([1])

Għal kontenut ta' klorin ta' 4 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi paralleli ta' kif jiġu stabbiliti mwettqa fuq l-istess kampjun ma għandhomx jaqbżu iż-0,10 % (m/m).

E. **Il-kalkolu tal-proporzjonijiet ta' l-atomi ta' l-aluninju għall-atomi taż-żirkonju, u ta' l-atomi ta' l-aluminju flimkien ma' l-atomi taż-żirkonju għall-atomi tal-klorin**

1. *Il-kalkolu tal-proporzjon ta' l-atomi ta' l-aluminju għall-atomi taż-żirkonju*

Ikkalkola l-A1: il-proporzjon taż-Zr billi tuża l-formola:

$$\text{Al : il-proporzjon taż-ZR} = \frac{\text{Al}\ \%\ (m/m) \times 91{,}22}{\text{Zr}\ \%\ (m/m) \times 26{,}98}$$

2. *Il-kalkolu tal-proporzjon ta' l-atomi ta' l-aluminju flimkien ma' l-atomi taż-żirkonju għall-atomi tal-klorin*

Ikkalkola l-(Al + Zr): il-proporzjon tal-Cl billi tuża l-formola:

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

IL-MOD KIF JIĠU IDENTIFIKATI U STABBILITI L-EKSAMIDIN, ID-DIBROMOEKSAMIDIN, IS-DI-BROMOPROPAMIDIN U L-KLOREKSIDIN

1. *L-iskop u firxa ta' l-applikazzjoni*

Dan il-metodu jiddeskrivi il-mod kif jiġu identifikati u stabbiliti kwalitattivament u kwantitattivament:

— l-eksamidin u l-imluħ tiegħu, inklużi l-isetjonat u l-4-idrossibenżoat

— id-dibromoeksamidin u l-imluħ tiegħu, inkluż l-isetjonat,

— id-dibromopropamidin u l-imluħ tiegħu, inkluż l-isetjonat,

— id-diaċetat, id-diglukonat u d-diidroklorur tal-kloreksidin fil- prodotti kosmetiċi.

2. *Id-Definizzjoni*

Il-konċentrazzjonijiet ta' l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropamidin u l-kloreksidin stabbiliti b'dan il-metodu huma espressi bħala perċentwali bil-massa (% m/m).

3. *Il-Prinċipju*

Il-mod kif jiġu identifikati u stabbiliti jiġi mwettaq bil-kromatografija likwida ta' par joni, fażi maqluba tal-qadi qawwi tax-xogħol (HPLC) segwita bil-kixfa bl-ispettrofotometru ultra-violet. L-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropramidin u l-kloreksidin jiġu identifikati permezz tal-ħinijiet tagħhom tar-retenzjoni fuq il-kolonna kromatografika.

([1]) ISO 5725

4. *Ir-Reaġenti*

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' safa analitika u xierqa għal HPLC, fejn ikun xieraq.

4.1. Il-Metanol

4.2. L-aċidu 1 -Eptansulfoniku, il-melħ tas-sodju, monoidrat

4.3. L-aċidu aċetiku, glaċjali (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.4. Il-klorur tas-sodju

4.5. Il-fażijiet mobbli

4.5.1. Is-Solvent I: 0,005 M tas-soluzzjoni ta' 1-aċidu 1 -Eptansulfoniku, il-melħ tas-sodju, monoidrat (4.2) fil-metanol (4.1), aġġustat għal pH apparenti ta' 3,5 bl-aċidu aċetiku glaċjali (4.3).

4.5.2. Is-Solvent II: 0,005 M tas-soluzzjoni ta' 1-aċidu 1-Eptansulfoniku, il-melħ tas-sodju, monoidrat (4.2) fl-ilma, aġġustat għal pH apparenti ta' 3,5 bl-aċidu aċetiku glaċjali (4.3).

Nota: Jekk ikun meħtieġ li tiġi mtejba l-għamla taż-żoni k-iktar għolja, il-fażijiet mobbli jistgħu jiġu mmodifikati u mħejjija kif ġej:

— Is-Solvent I: dewweb 5,84 g tal-klorur tas-sodju (4.4) u 1,1013 g ta' 1-aċidu 1-eptansulfoniku, il-melħ tas-sodju, monoidrat (4.2) f'100 ml ilma. Żid 900 ml metanol (4.1) u aġġusta għal pH apparenti ta' 3,5 bl-aċidu aċetiku glaċjali (4.3),

— Is-Solvent II: dewweb 5,84 g klorur tas-sodju (4.4) u 1,1013 g ta' 1-aċidu 1-eptansulfoniku, il-melħ tas-sodju, monoidrat (4.2) f'litru ilma u aġġusta għal pH ta' 3,5 bl-aċidu aċetiku glaċjali (4.3).

4.6. L-eksamidin diisetjonat ($C_{20}H_{26}N_4O_2.2C_2H_6O_4S$)

4.7. Id-dibromoeksamidin diisetjonat ($C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2.2C_2H_6O_4S$)

4.8. Id-dibromopropamidin diisetjonat ($C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2.2C_2H_6O_4S$)

4.9. Il-kloreksidin diaċetat ($C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}.2C_2H_4O_2$)

4.10. Is-soluzzjonijiet tar-referenza: ħejji 0,05 % (m/v) tas-soluzzjonijiet ta' wieħed mill-erba' priservattivi (4.6 to 4.9) fis-Solvent I (4.5.1).

4.11. It-3,4,4';-Triklorokarbanilid (triklokarban)

4.12. L-4,4';-Dikloro-3-(trifluorometil)karbanilid (alokarban)

5. *L-Apparat*

5.1. L-apparat normali tal-laboratorju

5.2. Kromatografu likwidu tal-qadi qawwi tax-xogħol b'istrument tal-kxif ta' l-UV ta' *wavelength* varjabbli

5.3. Kolonna analitika: azzar stainless, tul 30 ċm, dijametru intern 4 mm, ippakkjat b'µ-Bondapack C18, 10 mm, jew l-ekwivalenti

5.4. Banju ultrasoniku

6. *L-identifikazzjoni*

6.1. It-tħejjija tal-kampjun

Iżen madwar 0,5 g tal-kampjun għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 10 ml u ikkompleta għall-volum bis-Solvent I (4.5.1). Qiegħed il-flixkun tal-laboratorju volumetriku fil-banju ultrasoniku (5.4) għal 10 minuti. Iffiltra jew iċċentrifuga s-soluzzjoni. Iġbor il-filtrat jew is-supernatant għall-kromatografija.

6.2. Il-Kromatografija

6.2.1. Il-pendil tal-fażi mobbli

I-Ħin (min)	Is-Solvent 1 (% v/v) (4.5.1)	Is-Solvent 1 (% v/v) (4.5.2)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

6.2.2 Aġġusta r-rata taċ-ċirkolazzjoni tal-faži mobbli (6.2.1) għal 1,5ml/min u t-temperatura tal-kolonna għal 35 °C.

6.2.3. Issettja l-*wavelength* ta' l-istrument tal-kxif għal 264 nm.

6.2.4. Injetta 10 µl ta' kull waħda mis-soluzzjonis tar-referenza (4.10) u rreġistra l-kromatogrammi tagħhom.

6.2.5. Injetta 10 µl tas-soluzzjoni kampjun (6.1) u rreġistra l-kromatogramma tagħha.

6.3. Identifika jekk ikunux preżenti l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropamidin jew il-klorheksidin billi tipparaguna l-ħin/ijiet tar-retenzjoni taż-żona/i l-iktar għolja rreġistrati fis-6.2.5 ma' dawk miksuba mis-soluzzjonijiet tar-referenza fis-6.2.4

7. *Il-mod kif jiġu stabbiliti*

7.1. Il-mod kif tiġi stabbilita

It-tħejjija tas-soluzzjonijiet *standard*.

Uża wieħed mill-priservattivi (4.6 to 4.9) li jkun nieqes mill-kampjun bħala standard intern. Jekk dan ma jkunx possibbli, jista' jintuża t-triklokarban (4.11), jew l-alokarban (4.12).

7.1.1. 0,05 % (m/v) tas-soluzzjoni tal-ħażna fis-Solvent I (4.5.1) tal-priservattiv identifikat fis-6.3.

7.1.2. 0,05 % (m/v) tas-soluzzjoni tal-ħażna fis-Solvent I (4.5.1) tal-priservattiv magħżul bħala *standard* intern.

7.1.3. Għal kull priservattiv identifikat, ħejji erba' soluzzjonijiet standard billi tittrasferixxi għal ġo serje ta' fliexken tal-laboratorju volumetriċi ta' 10 ml ammonti mis-soluzzjoni tal-ħażna tal-priservattiv identifikat (7.1.1) u ammonti xierqa tas-soluzzjoni tal-ħażna ta' l-istandard intern (7.1.2) skond it-tabella ddikjarata hawn taħt. Ikkompleta għall-volum ta' kull flixkun tal-laboratorju bis-Solvent I (45.1) u ħallat.

Is-Soluzzjoni Standardi	Is-Soluzzjoni tal-ħażna interna	Is-Soluzzjoni tal-ħażna tal-preiservattiv identifikat	
	miħjuda ml (7.1.2)	miżjuda (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

(*) Dawn il-valuri huma moġħtija bħala indikazzjoni u jikkorrispondu mal-konċentrazzjonijiet tal-priservattiv identifikat fis-soluzzjonijiet standard imħejjija bl-użu ta' soluzzjoni tal-ħażna li jkun fiha eżattament 0,05 % tal-priservattiv identifikat.

7.2. Preparazzjoni tal-kampjun

7.2.1. Iżen b'mod preċiż madwar 0,5 g (p gram) tal-kampjun għal ġo flixkun tal-laboratorju volumetriku ta' 10 ml, żid 1,0 ml tas-soluzzjoni interna standard (7.1.2) u 6 ml tas-Solvent I (4.5.1) u ħallat.

7.2.2. Qiegħed il -lixkun tal-laboratorju f'banju ultrasoniku (5.4) għal 10 minuti. Kessaħ. Ikkompleta għall-volum bis-Solvent I u ħallat. Iċċentrifuga jew iffiltra minn ġo karta tal-filtru mitwija. Iġbor is-supernatant jew il-filtrat, kif ikun il-każ, għall-kromatografija.

7.3. Il-Kromatografija

7.3.1. Aġġusta l-pendil tal-faži mobbli, ir-rata taċ-ċirkolazzjoni, it-temperatura tal-kolonna u l-*wavelength* ta' l-istrument tal-kxif tat-tagħmir tal-HPLC (5.2) għall-kondizzjonijiet kif meħtieġa fl-istadju ta' l-identifikazzjoni (6.2.1 sa 6.2.3).

7.3.2. Injetta 10 µl tas-soluzzjoni kampjun (7.2.2) u rreġistra ż-żoni l-iktar għolja. Tenni dan il-proċess b'iktar alikwoti ta' 10 µl tas-soluzzjoni kampjun sakemm jinkisbu riżultati konsistenti. Ikkalkola l-proporzjoni taż-żona l-iktar għolja podott mill-kompost li jrid jiġi analizzat maż-żona l-iktar għolja prodotta bl-istandard intern.

7.4. Il-Kalibrazzjoni

7.4.1. Injetta 10 µl ta' kull waħda mis-soluzzjoniet standard (7.1.3) u rreġistra ż-żona l-iktar għolja.

7.4.2. Għal kull soluzzjoni standard (7.1.3), ikkalkola l-proporzjon taż-żona l-iktar għolja ta' l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, is-dibromopropamidin jew il-klorheksidin maż-żona l-iktar għolja interna standard. Ipplottja l-kurva tal-kalibrazzjoni billi tuża dawn il-proprozjonijiet bħala l-ordinat u l-konċentrazzjonijiet korrispondenti ta' priservattivi identifikati fis-soluzzjonijiet standard, f'mikrogrammi f'kull millilitru bħala l-axxissa.

7.4.3. Mill-kurva tal-kalibrazzjoni (7.4.2) aqra l-konċentrazzjonijiet kollha tal-priservattiv identifikat li jikkorispondi mal-proporzjon taż-żona l-iktar għolja kkalkolat fis-7.3.2.

8. *Il-Kalkolu*

8.1. Ikkalkola l-kontenut ta' l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropamidin jew il-kloreksidin tal-kampjun, bħala perċentwali bil-massa, billi tuża l-formula:

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

fejn:

p = il-massa fi grammi tal-kampjun meħud għall-analiżi (7.2.1);

c = il-konċentrazzjoni tal-priservattiv fis-soluzzjoni kampjun (5.1.5), f'mikrogrammi f'kull millilitru, miksuba mill-kurva tal-kalibrazzjoni;

MW1 = il-piż molekulari tal-għamla bażika tal-priservattiv preżenti;

u

MW2 = il-piż molekulari tal-melħ korrispondenti (ara l-punt 10).

9. *Ir-rata ta' repetizzjoni* ([1])

Għal konċentrazzjoni ta' l-eksamidin, id-dibromoeksamidin, id-dibromopropamidin jew il-kloreksidin ta' 0,1 % (m/m) id-differenza bejn ir-riżultati taż-żewġ modi paralleli ta' kif jiġu stbbiliti mwettqa fuq l-istess kampjun ma għandhiex taqbeż iż-0,005 %.

10. *Tabella tal-piżijiet fil-formoli*

Eksamidin	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Eksamidin diisetjonat	$C_{20}H_{26}N_4O_2 . 2C_2H_6O_4S$	606,72
Eksamidine di-p-idrossibenżoat	$C_{20}H_{26}N_4O_2 . 2C_7H_6O_3$	630,71
Dibromoeksamidin	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Dibromoeksamidin diisetjonat	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 . 2C_2H_6O_4S$	764,51
Dibromopropamidin	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$	470,18
Dibromopropamidin diisetjonate	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 . 2C_2H_6O_4S$	722,43
Kloreksidin	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$	505,45
Kloreksidin diaċetat	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} . 2C_2H_4O_2$	625,56
Kloreksidin diglukonat	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} . 2C_6H_{12}O_7$	897,76
Kloreksidin diidroklorur	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} . 2HCl$	578,37

([1]) ISO 5725