

FJÓRÐA TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR

frá 11. október 1985

um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi nauðsynlegar greiningaraðferðir til eftirlits með samsetningu snyrtivara**(85/490/EBE)**FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 76/768/EBE frá 27. júlí 1976 um samræmingu laga aðildarríkjanna um snyrtivörur ⁽¹⁾, eins og henni var síðast breytt með tilskipun 85/391/EBE ⁽²⁾, einkum l. mgr. 8. gr.*og að teknu tilliti til eftirfarandi:*

Í tilskipun 76/768/EBE er kveðið á um opinbert eftirlit með snyrtivörum til að tryggja að fullnægt sé skilyrðum sem mælt er fyrir um í ákvæðum bandalagsins um samsetningu snyrtivara.

Ákveða ber, eins fljótt og kostur er, allar nauðsynlegar greiningaraðferðir. Þrjú fyrstu skrefin hafa þegar verið stigin með skilgreiningu tiltekinna aðferða í tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 80/1335/EBE ⁽³⁾, 82/434/EBE ⁽⁴⁾ og 83/514/EBE ⁽⁵⁾. Fjórða skrefið er fólgið í að skilgreina aðferðir til að aðgreina og ákvarða glýseról-1-(4-aminóbensóat), ákvarða klórbútanól, aðgreina og ákvarða kínín, aðgreina og ákvarða ólífræn súlföt og vetnissúlföt, aðgreina og ákvarða klóröt alkalímálma og aðgreina og ákvarða natríumjoðat.

Ráðstafanir sem kveðið er á um í þessari tilskipun eru í samræmi við álit nefndarinnar sem sér um að laga tilskipun 76/768/EBE að tækniframförum.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

1. gr.

Aðildarríkin skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til að tryggja að opinbert eftirlit með snyrtivörum:

- aðgreining og ákvörðun glýseról-1-(4-aminóbensóats),
- ákvörðun klórbútanóls,
- aðgreining og ákvörðun kíníns,
- aðgreining og ákvörðun ólífrænna súlfíða og vetnissúlfíða,
- aðgreining og ákvörðun klórata alkalímálma, og
- aðgreining og ákvörðun natríumjoðats,

sé framkvæmt í samræmi við aðferðirnar sem lýst er í þessum viðauka.

2. gr.

Aðildarríkin skulu samþykka nauðsynleg lög og stjórn-sýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 31. desember 1986.

Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

3. gr.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 11. október 1985.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Stanley CLINTON-DAVIS

framkvæmdastjóri.⁽¹⁾ Stjttíð. EB nr. L 262, 27. 9. 1976, bls. 169.⁽²⁾ Stjttíð. EB nr. L 224, 22. 8. 1985, bls. 40.⁽³⁾ Stjttíð. EB nr. L 383, 31. 12. 1980, bls. 27.⁽⁴⁾ Stjttíð. EB nr. L 185, 30. 6. 1982, bls. 1.⁽⁵⁾ Stjttíð. EB nr. L 291, 24. 10. 1983, bls. 9.

VIÐAUKI

AÐGREINING OG ÁKVÖRDUN GLÝSERÓLS 1-(4-AMÍNÓBENSÓAT)

A. AÐGREINING

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Hér er lýst aðferð til að greina alfa-mónóglýserýl-4-amínóbensóat (glýseról- 1-(4-amínóbensóat). Einnig er hún notuð til að greina etýl-4-amínóbensóat (bensókaín INN) sem gæti komið fram sem óhreinindi.
2. MEGINREGLA
Þessi aðgreining er gerð með þunnlagsskiljun á plötu úr kísilhlaupi með flúrljómunarlitvísi og felst í því að greina óbundinn *prim.* amínóhóp með myndun díásólitar á plötunni.
3. HVARFEFNI
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
 - 3.1. Leysiefnablöndur: sýklóhexan/própan-2-ól/gert stöðugt með díklórmetani 48/64/9 (v/v/v).
 - 3.2. Ferðafasi: petrólúmeter (40-60)/bensen/aseton/ammóníum-hýdroxíðlausn (lágmark 25% NH₃): 35/35/35/1 (v/v/v/v).
 - 3.3. Framköllunarlusn: a) natríumnítrít: 1 g í 100 ml af 1 M saltsýru (tilreidd rétt fyrir notkun)
b) 2-naftól: 0,2 g í 100 ml af 1 M kalíumhýdroxíði.
 - 3.4. Staðallausnir:
alfa-mónóglýserýl-4-amínóbensóat: 0,05 g í 100 ml af leysiefnablöndu í 3.1;
etýl 4-amínóbensóat: 0,05 g í 100 ml af leysiefnablöndu í 3.1.
 - 3.5. Kísilhlaupsplötur: 60 F254, 0,25 mm á þykkt, 200 mm × 200 mm.
4. BÚNAÐUR
 - 4.1. Venjulegur búnaður fyrir þunnlagsskiljun.
 - 4.2. Úthljóðstitrari.
 - 4.3. Millígröpu-sía FH 0,5 µg eða sambærileg sía.
5. VINNUAÐFERÐ
 - 5.1. **Undirbúningur sýnis**
Vegin eru 1,5 g af vörnunni sem greina á og sett í 10 ml kvarðaða kolbu með tappa. Fyllt er að markinu með leysiefni í 3.1. Tappinn er settur á kolbuna og hún látin standa í úthljóðstitrara í eina klukkustund við stofuhita (4.2). Lausnin er síuð í gegnum Millígröpu-síu (4.3) og síuvökvinn notaður fyrir skiljunina.
 - 5.2. **Þunnlagsskiljun**
10 µl af sýnislausninni (5.1) og hvorri staðallausninni (3.4) eru settir á plötuna (3.5).

Platan er höfð í fláti, sem mettað hefur verið með leysiefni í 3.2, uns ferðafasinn hefur færst upp um 150 mm. Platan er látin þorna við stofuhita.
 - 5.3. **Framköllun**
 - 5.3.1. Platan er skoðuð undir 254 nm útfjólubláu ljósi.
 - 5.3.2. Þegar platan er orðin þurr er hún úðuð með lausninni í 3.3 (a).
Hún er látin þorna við stofuhita í eina mínútu og úðuð þegar í stað með lausninni í 3.3 (b).

Platan er þurrkuð í ofni við 60°C. Blettirnir verða appelsínugulir að lit. Alfa-mónóglýserýl-4-amínóbensóat: R_F 0,07; etýl-4-amínóbensóat: R_F 0,55.

B. ÁKVÖRDUN

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst aðferð til að ákvarða alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóat. Einnig er hún notuð til að ákvarða etýl-4-amínóbensóat. Ekki er hægt að nota hana til að ákvarða meira en 5% (m/m) af alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóati og 1% (m/m) af etýl-4-amínóbensóati.

2. SKILGREINING

Magn alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóats og etýl-4-amínóbensóats sem mælt er samkvæmt þessari aðferð er táknað sem hundraðshluti miðað við massa vörunnar (% m/m).

3. MEGINREGLA

Sýnið sem greina á er gert að sviflausn í metanóli og eftir tilheyrandi meðhöndlun er það mælt með háþrýstivökvaskiljun (HPLC).

4. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og henta vel til háþrýstivökvaskiljunar (HPLC) þar sem við á.

4.1. Metanól.

4.2. Kalíumdíhýdrógenortófosfat (KH_2PO_4).4.3. Sinkdí(asetat) ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).4.4. Ediksýra ($d_{20}^{20} = 1,05$).4.5. Tetrakalíumhexasýanóferrat, ($\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$).

4.6. Etýl-4-hýdroxybensóat.

4.7. Alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóat.

4.8. Etýl-4-amínóbensóat.

4.9. Fosfatjafnalausn (0,02 M): 2,72 g af kalíumdíhýdrógenortófosfati (4.2) eru leyst upp í 1 l af vatni.

4.10. Ferðafasi: fosfatjafnalausn (4.9)/metanól (4.1) 61/39(v/v).

Hægt er að breyta samsetningu ferðafasans þannig að aðgreiningin $R \geq 1,5$ náist.

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

þar sem:

R_1 og R_2 = rástími toppanna í mínútum,

W_1 og W_2 = breidd toppanna við hálfu hæð í millímetrum,

d' = hraði skrifarans í millímetrum á mínútu,

4.11. Stofnlausn alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóats: um 40 mg af alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóati eru vegin nákvæmlega og sett í 100 ml kvarðaða kolbu. Lausnin er leyst upp í 40 ml af metanóli (4.1). Fyllt er að markinu með jafnalausn (4.9) og blandað saman.

4.12. Stofnlausn etýl 4-amínóbensóats: um 40 mg af etýl-4-amínóbensóati eru vegin nákvæmlega og sett í 100 ml kvarðaða kolbu. Lausnin er leyst upp í 40 ml af metanóli (4.1). Fyllt er að markinu með jafnalausn (4.1) og blandað saman.

4.13. Innri staðallausn: um 50 mg af etýl-4-hýdroxybensóati (4.6) eru vegin nákvæmlega og sett í 100 ml mælikolbu, leyst upp í 40 ml af metanóli (4.1), fyllt að markinu með jafnalausn (4.9) og blandað saman.

4.14. Staðallausnir: tilreiddar eru fjórar staðallausnir með því að leysa upp í 100 ml ferðafasa (4.10) samkvæmt eftirfarandi töflu:

| Staðallausn | Alfa-mónóglýseryl 4-amínóbensóat | | Etýl-4-amínóbensóat | | Etýl 4-hýdroxybensóat | |
|-------------|-------------------------------------|-----------|--------------------------------|-----------|--------------------------------|-----------|
| | ($\mu\text{g}/\text{ml}$)(*) | ml (4.11) | ($\mu\text{g}/\text{ml}$)(*) | ml (4.12) | ($\mu\text{g}/\text{ml}$)(*) | ml (4.13) |
| I | 8 | 2 | 8 | 2 | 50 | 10 |
| II | 16 | 4 | 12 | 3 | 50 | 10 |
| III | 24 | 6 | 16 | 4 | 50 | 10 |
| IV | 40 | 10 | 20 | 5 | 50 | 10 |

(*) Þessi gildi eru gefin í upplýsingaskyni og samsvara nákvæmari massa samkvæmt 4.11, 4.12 og 4.13.

Ath.: Hægt er að undirbúa þessar lausnir á mismunandi hátt.

- 4.15. Carrez-laun-I: 26,5 g af tetrakalíumhexasýanferrati (4.5) eru leyst upp í vatni og fyllt að 250 ml markinu.
- 4.16. Carrez-laun-II: 54,9 g af sinkdí(asetati) (4.3) og 7,5 ml af ediksýru (4.4) eru leyst upp í vatni og fyllt að 250 ml markinu.
- 4.17. Merck Likrósorb RP-18, eða sambærilegt efni, með 5 μm meðalkornastærð.

5. BÚNAÐUR

- 5.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.
- 5.2. Búnaður fyrir háþrýstivökvaskiljun með nema fyrir útfjólubláa geisla með breytanlegri bylgjulengd og hitaofni sem stilltur er á 45°C.
- 5.3. Súla úr ryðfríu stáli: lengd: 250 mm; innra þvermál: 4,6 mm; fylliefni: Likrósorb RP - 18 (4.17).
- 5.4. Úthljóðsbað.

6. VINNUAÐFERÐ

6.1. Undirbúningur sýnis

- 6.1.1. Vegið er nákvæmlega um 1 g af sýninu, sett í 100 ml bikarglas og 10 ml af metanóli (4.1) bætt út í.
- 6.1.2. Bikarglasið er sett í úthljóðsbaðið (5.4) í 20 mínútur og þannig mynduð sviflausn. Sviflausnin er flutt magnbundið yfir í 100 ml mælikolbu sem inniheldur mest 75 ml af ferðafasa (4.10).

Bætt er út í 1 ml af Carrez-laun-I (4.15) og síðan 1 ml af Carrez-laun-II (4.16) og blandað saman eftir hvora viðbót. Fyllt er að markinu með ferðafasanum (4.10), blandað saman á nýjan leik og lausnin síuð í gegnum samanbrotinn síupappír.

- 6.1.3. 3,0 ml af síuvökvanum samkvæmt 6.1.2 og 5,0 ml af innri staðallausninni (4.13) eru færðir með rennipípu yfir í 50 ml mælikolbu. Fyllt er að markinu með ferðafasa (4.10) og blandað saman. Lausnin sem þannig verður til er notuð við vökvaskiljunargreininguna sem lýst er í 6.2.

6.2. Vökvaskiljun

- 6.2.1. Flæði ferðafasans (4.10) er stillt á 1,2 ml/mín. og hiti súlunnar stilltur á 45°C.
- 6.2.2. Neminn (5.2) er stilltur á 274 nm bylgjulengd.
- 6.2.3. Sprautað er inn í vökvaskiljuna, að minnsta kosti tvisvar sinnum, 20 μl af laun í 6.1.3 með smásprautu og flatarmál toppanna mælt.

6.3. Staðalkúrfa

- 6.3.1. Sprautað er inn 20 μl af hverri staðallausn (4.14) og flatarmál toppanna mælt.
- 6.3.2. Reiknað er út, fyrir hvern styrk, hlutfallið milli flatarmáls alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóat-toppanna og flatarmáls toppa innri staðalsins. Hlutfallið milli flatarmáls toppanna er teiknað sem fall af samsvarandi massahlutfalli.
- 6.3.3. Etýl-4-hýdroxybensóat fær sömu meðhöndlun.

7. ÚTREIKNINGAR

- 7.1. Massahlutföllin (RP1, RP2), sem samsvara hlutföllum milli flatarmáls toppanna sem reiknuð eru út í 6.2.3, eru lesin af staðalkúrfunni (6.3.), þar sem

RP1 = massi alfa-mónóglýseryl-4-amínóbensóats/massi etýl-4-hýdroxybensóats,

RP2 = massi etýl-4-amínóbensóats/massi etýl-4-hýdroxybensóats.

- 7.2. Magn alfa-mónóglýserýl-4-amínóbensóats og etýl-4-amínóbensóats er reiknað út frá massahlutföllum, sem fengin eru á fyrrgreindan hátt, sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m) og til þess notuð eftirfarandi formúla:

$$R_p \text{ \% (m/m) alfa-mónóglýserýl 4-amínóbensóat} = RP1 \times \frac{q}{p}$$

$$R_p \text{ \% (m/m) etýl-4-amínóbensóat} = RP2 \times \frac{q}{p}$$

q = magn etýl-4-hýdroxýbensóats (innri staðall) í milligrömmum, vegið í 4.12,

p = magn sýnisins í grömmum, vegið í 6.1.1.

8. **TVÍMÆLINGAGILDI** ⁽¹⁾
- 8.1. Ef magn alfa-mónóglýserýl 4-amínóbensóats er um 5% (m/m) má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,25%.
- 8.2. Ef magn etýl-4-amínóbensóats er 1% (m/m) má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,10%.
9. **ATHUGASEMDIR**
- 9.1. Áður en greiningin fer fram þarf að athuga hvort sýnið innihaldi efni sem gefa toppa sem falla saman við toppa innri staðalsins (etýl-4-amínóbensóat) á grafinu.
- 9.2. Til að sannprófa að ekki séu til staðar nein efni sem valda truflunum er ákvörðunin endurtekin og hlutfalli metanóls í ferðafasanum breytt um 10% hlutfallslega.

ÁKVÖRDUN KLÓRBÚTANÓLS

1. **UMFANG OG GILDISSVIÐ**
- Aðferð þessa má nota til að ákvarða klórbútanól (INN) upp að 0,5% (m/m) hámarksstyrk í öllum snyrtivörum, nema úðavöru.
2. **SKILGREINING**
- Klórbútanólmagn sem mælt er með þessari aðferð er tilgreint sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m) vörunnar.
3. **MEGINREGLA**
- Varan sem greina á er meðhöndluð á tilheyrandi hátt og síðan ákvörðuð með gasgreiningu þar sem 2,2,2-tríklóretanól er notað sem innri staðall.
4. **HVARFEFNI**
- Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 4.1. Klórbútanól (1,1,1-tríklór-2-metýlprópan-2-ól).
- 4.2. 2,2,2-tríklóretanól.
- 4.3. Hreint etanól.
- 4.4. Stöðluð lausn klórbútanóls: 0,025 g í 100 ml af etanóli (4.3) (m/v).
- 4.5. Stöðluð lausn 2,2,2-tríklóretanóls : 4 mg í 100 ml af etanóli (4.3) (m/v).
5. **TÆKJABÚNAÐUR**
- 5.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.
- 5.2. Gasgreinir með rafeindanema, Ni 63.
6. **VINNUAÐFERÐ**
- 6.1. **Undirbúningur sýnis**
- Vegin eru nákvæmlega milli 0,1 og 0,3 g (p g) af sýninu og sett í 100 ml mælikolbu. Sýnið er leyst upp í etanóli (4.3), 1 ml lausn af innri staðlinum (4.5) bætt út í og fyllt upp að markinu með etanóli.

⁽¹⁾ ISO-staðall 5725.

6.2. **Aðstæður við gasgreiningu**6.2.1. Aðgreining súlnnar skal vera þannig að R sé $\geq 1,5$.

$$R = 2 \frac{d'R_2 - R_1}{W_1 + W_2}$$

þar sem

 R_1 og R_2 = rástími toppanna (í mínútum), W_1 og W_2 = breidd toppanna við hálfhá hæð (í millímetrum), d' = hraði skrifarans (mm/mín).

6.2.2. Við eftirfarandi aðstæður fást t.d. þær niðurstöður sem krafist er:

| Súla | I | II |
|------------------|--|--|
| Efni | Gler | Ryðfrítt stál |
| Lengd | 1,80 m | 3 m |
| Innra þvermál | 3 mm | 3 mm |
| Stöðufasi | 10% karbóvax 20 M TPA á gaskrómi Q 80 — 100 mesh | 5% OV 17 á krómósorbi WAW DMCS 80 — 100 mesh |
| Skilyrðing | 2 til 3 dagar við 190°C | |
| Hiti: | | |
| — sýnishólf | 200°C | 150°C |
| — súla | 150°C | 100°C |
| — nemi | 200°C | 150°C |
| Burðarlofttegund | Köfnunarefni | Argon/metan (95/5 v/v) |
| Flæði | 35 ml/mín. | 35 ml/mín. |

6.3. **Staðalkúrfa**

Í fimm 100 ml mælikolbur eru settir 0,2, 0,3, 0,4, 0,5 og 0,6 ml af lausn í 4.4 í hverja kolbu og 1 ml af staðallausninni (4.5), fyllt er að markinu með etanóli (4.3) og blandað saman. 1 µl af hverri lausn er sprautað inn í gasgreininn í samræmi við aðstæður sem lýst er í 6.2.2 og staðalkúrfan teiknuð með því að hafa massahlutfall milli klórbútanóls og 2,2,2-tríklóretanóls sem fall af samsvarandi flatarmálshlutfalli toppanna.

6.4. Sprautað er inn 1 µl af lausn sem fengin er samkvæmt 6.1 og haldið áfram í samræmi við aðstæðurnar sem lýst er í 6.2.2.

7. **ÚTREIKNINGAR**

7.1. Reiknað er út á grundvelli staðalkúrfunnar (6.3) magn „a“ sem gefið er upp sem µg af klórbútanóli í lausninni í 6.1.

7.2. Klórbútanólmagn sýnisins (% m/m) er reiknað út samkvæmt eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{ klórbútanól (m/m)} = \frac{a \times 10^2}{p \times 10^6} = \frac{a}{p \times 10^4}$$

8. **TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾**

Ef klórbútanólmagn er 0,5% (m/m) má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,01%.

Athugasemd

Ef niðurstaðan er jöfn eða hærri en leyfilegur hámarksstyrkur er nauðsynlegt að ganga úr skugga um að efni sem valda truflunum séu ekki til staðar.

⁽¹⁾ ISO-staðall 5725.

AÐGREINING OG ÁKVÖRDUN KÍNÍNS

A. AÐGREINING

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð er hægt að greina hvort kínín er til staðar í hárbvottalegi og hársnyrtivökum.

2. MEGINREGLA

Aðgreiningin er gerð með þunnlagsskiljun á plötu úr kísilhlaupi. Kínín er greint með blárrí flúrljómun þess við súr skilyrði við 360 nm bylgjulengd.

Til frekari staðfestingar er hægt að eyða flúrljómuninni með brómgufulum og ammóníaksgufur valda því að gulleit flúrljómun kemur í ljós.

3. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

3.1. Kísilhlaupsplötur, án flúrljómunarlitvísá, 0,25 mm á þykkt, 200 mm × 200 mm.

3.2. Ferðafasi: tólúen / díetýleter / díklórmetan / díetýlamín / 20/20/20/8 (v/v/v/v).

3.3. Metanól.

3.4. Brennisteinssýra (96%; $d_{4}^{20} = 1,84$).

3.5. Díetýleter.

3.6. Framköllunarefni: 5 ml af brennisteinssýru (3.4) er bætt varlega út í 95 ml af díetýleter (3.5) í kældu ílátí.

3.7. Bróm.

3.8. Ammóníumhýdroxíðlausn (28%; $d_{4}^{20} = 0,90$).

3.9. Kínín, vatnsfrítt.

3.10. Staðallausn: vegin eru nákvæmlega um 100,0 mg af vatnsfrú kíníní (3.9), sett í mælikolbu og leyst upp í 100 ml af metanóli (3.3).

4. BÚNAÐUR

4.1. Venjulegur búnaður fyrir þunnlagsskiljun.

4.2. Úthljóðsbað.

4.3. Millígrupu-sía, FM 0,5 M eða sambærileg sía með viðeigandi síutækjabúnaði.

5. VINNUAÐFERÐ

5.1. Undirbúningur sýnisins

Vegið er nákvæmlega magn sýnisins sem leyfilegt er að innihaldi um það bil 100 mg af kíníní og er sett í 100 ml mælikolbu, sýnið leyst upp og fyllt að markinu með metanóli (3.3).

Tappinn er settur á kolbuna og hún látin standa í eina klukkustund í úthljóðsbaði (4.2) við stofuhita. Lausnin er síuð (4.3) og síuvökvinn notaður fyrir þunnlagsskiljunina.

5.2. Þunnlagsskiljun

1,0 μ l af staðallausninni (3.10) og 1,0 μ l af sýnislusninni (5.1) eru settir á kísilhlaupsplötu (3.1). Platan er höfð í ílátí með ferðafasa í 3.2., sem einnig hefur verið mettað með ferðafasanum (3.2), uns hann hefur færst fram um 150 mm.

5.3. Framköllun

5.3.1. Platan er þurrkuð við stofuhita.

5.3.2. Platan er úðuð með hvarfefni í 3.6.

5.3.3. Platan er látin þorna í eina klukkustund við stofuhita.

5.3.4. Platan er skoðuð undir útfjólubláu ljósi úr lampa sem stilltur er á 360 nm bylgjulengd. Kínín kemur í ljós sem skærir, bláir flúrljómandi blettir.

Í töflunni hér að neðan eru gefin dæmi um R_F -gildi mikilvægustu kínínalkalóíðanna þegar notaður er ferðafasi í 3.2.

| Alkalóíð | R_F |
|--------------|-------|
| Kínín | 0,20 |
| Kínídín | 0,29 |
| Kínkónín | 0,33 |
| Kínkónídín | 0,27 |
| Hýdrókínídín | 0,17 |

- 5.3.5. Til að fá frekari staðfestingu á því að kínín sé til staðar er platan höfð í um það bil eina klukkustund í brómgufu (3.7). Við það hverfur flúrljómunin. Þegar sama platan er höfð í ammóníaksgufu (3.8) koma blettirnir aftur í ljós brúnir að lit, og þegar platan er skoðuð undir útfjólubláu ljósi við 360 nm bylgjulengd má greina gulleita flúrljómun.

Greiningarmörk: 0,1 μg af kínín.

B. ÁKVÖRDUN

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Hér er lýst aðferð til að ákvarða kínín. Hægt er að nota hana til að ákvarða kínín í leyfilegum hámarksstyrk 0,5% (m/m), í hárfvottalögum og, 0,2%, í hársnyrtivöknum.
2. SKILGREINING
Kínínmagn ákvarðað með þessari aðferð er gefið upp sem hundradshluti miðað við massa (% m/m) vörunnar.
3. MEGINREGLA
Varan sem greina á er meðhöndluð á tilheyrandi hátt og síðan ákvörðuð með háþrýstivöskvaskiljun (HPLC).
4. HVARFEFNI
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og henta vel til háþrýstivöskvaskiljunar HPLC.
 - 4.1. Asetonítríl.
 - 4.2. Kalíumdíhýdrógenortófosfat (KH_2PO_4).
 - 4.3. Ortófosfórsýra (85%; $d_{20}^{20} = 1,7$).
 - 4.4. Tetrametýlammóníumbrómíð.
 - 4.5. Kínín, vatnsfrítt.
 - 4.6. Metanól.
 - 4.7. Ortófosfórsýrulausn (0,1 M): vegin eru 11,53 g af ortófosfórsýru (4.3) og leyst upp í 1 000 ml af vatni í kvarðaðri kolbu.
 - 4.8. Kalíumdíhýdrógenortófosfatlausn (0,1 M): vegin eru 13,6 g af kalíumdíhýdrógenortófosfati (4.2) og leyst upp í 1 000 ml af vatni í kvarðaðri kolbu.
 - 4.9. Tetrametýlammóníumbrómíðlausn: 15,40 g af tetrametýlammóníumbrómíði (4.4) er leyst upp í 1 000 ml af vatni í kvarðaðri kolbu.
 - 4.10. Ferðafasi: ortófosfórsýra (4.7)/kalíumdíhýdrógenortófosfat (4.8)/tetrametýlammóníumbrómíð (4.9)/vatn/asetonítríl (4.1) 10/50/100/340/90 (v/v/v/v/v).

Hægt er að breyta samsetningu ferðafasans þannig að aðgreiningin $R \geq 1,5$ náist.

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

þar sem:

- R_1 og R_2 = rástími toppanna (í mínútum),
 W_1 og W_2 = breidd toppanna við hálfu hæð, í millímetrum,
 d' = hraði skrifarans, í millímetrum á mínútu.

- 4.11. Kísill meðhöndlaður með oktadekýlsílaní, kornastærð: 10 μm .
- 4.12. Staðallausnir: um það bil 5,0, 10,0, 15,0 og 20,0 mg af vatnsfríu kíníni (4.5) eru vegin nákvæmlega og sett í fimm 100 ml mælikolbur. Fyllt er að markinu með metanóli (4.6) og hrist þar til kínínið er uppleyst. Hvert sýni er síði í gegnum 0,5 μm síu.
5. BÚNAÐUR
 - 5.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.
 - 5.2. Úthljóðsbað.
 - 5.3. Vöskvaskilja með nema með breytanlegri bylgjulengd.
 - 5.4. Súla: lengd: 250 mm; innra þvermál: 4,6 mm; fylliefni: kísill (4.11).
 - 5.5. Millígröpu- sía, FH 0,5 μm eða sambærileg sía með tilheyrandi sútækjabúnaði.

6. VINNUAÐFERÐ
- 6.1. **Undirbúningur sýnis**
Vegið er nákvæmlega það magn af vörinni, sem inniheldur 10,0 mg af vatnsfríu kííníni og sett í 100 ml mælikolbu, 20 ml af metanóli (4.6) er bætt við og kolban sett í úthljóðsbað (5.2) í 20 mínútur. Fyllt er að markinu með metanóli (4.6). Lausnin er hrist og síðan síuð (5.5).
- 6.2. **Vökvaskiljun**
Flæði: 1,0 ml/mín.
Bylgjulengd nemans (5.3): 332 nm bylgjulengd.
Rúmmál lausnar sem sprautað er inn: 10 µl af síaðri lausn (6.1).
Mæling: flatarmál toppa.
- 6.3. **Kvörðunarferill**
Sprautað er inn, að minnsta kosti þrisvar sinnum, 10,0 µl af hverri tilvísunarlausn (4.12), flatarmál toppanna mælt og reiknað út meðalgildi styrksins í hverju tilviki fyrir sig.
Kvörðunarferillinn er teiknaður og gengið úr skugga um að hann sé bein lína.
7. ÚTREIKNINGAR
- 7.1. Lesið er af kvörðunarferlinum (6.3) magn vatnsfrís kííníns í µl sem er í því rúmmáli sem sprautað er (6.2).
- 7.2. Styrkur vatnsfrís kííníns í sýninu sem gefinn er upp sem hundradshluti miðað við massa (% m/m) fæst með eftirfarandi formúlu:
- $$\% (m/m) \text{ af vatnsfríu kííníni} = \frac{B}{A}$$
- þar sem:
- B er magn vatnsfrís kííníns í µg í 10 µg af síuvökvanum (6.1).
- A er massi sýnisins í grömmum (6.1).
8. **TVÍMÆLINGAGILDI** ⁽¹⁾
Ef magn vatnsfrís kííníns er um 0,5% (m/m) má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,02%.
Ef magn vatnsfrís kííníns er um 0,2% (m/m) má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,01%.

AÐGREINING OG ÁKVÖRDUN ÓLÍFRÆNNA SÚLFÍTA OG VETNISSÚLFÍTA

UMFANG OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst aðferð til að aðgreina og ákvarða ólífræn súlföt og vetnissúlföt í snyrtivörum. Aðeins er hægt að nota þessa aðferð fyrir vörur sem innihalda vatns- eða alkóhólfasa og brennisteinsdíoxíð í styrknum upp að 0,2%.

A. AÐGREINING

1. **MEGINREGLA**
Sýnið er hitað í saltsýru og brennisteinsdíoxíðið sem myndast aðgreint annaðhvort af lyktinni eða með því að nota litvísispappír.
2. **HVARFEFNI**
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 2.1. Saltsýra (4 M).
- 2.2. Kalíumjoðatsterkjupappír eða sambærilegur litvísispappír.
3. **BÚNAÐUR**
- 3.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.
- 3.2. Kolba (25 ml) með stuttum endurstreymispétti.
4. **VINNUAÐFERÐ**
- 4.1. Um það bil 2,5 g af sýninu eru sett í kolbuna (3.2) ásamt 10 ml af saltsýru (2.1).
- 4.2. Blandað er saman og hitað að suðumarki.
- 4.3. Kannað er hvort brennisteinsdíoxíð sleppur út, annaðhvort af lyktinni eða með því að nota litvísispappír (2.2).

⁽¹⁾ ISO-staðall 5725.

B. ÁKVÖRDUN

1. SKILGREINING

Magn súlfíts eða vetnissúlfíts í sýninu sem ákvarðað er með þessari aðferð er gefið upp sem hundradshluti miðað við massa brennisteinsdíoxíðs.

2. GUNDVALLARATRÍÐI

Þegar sýnið hefur verið sýrt er brennisteinsdíoxíðið sem myndast eimað yfir í vetnisperoxíðlausn. Brennisteinssýran sem myndast er títruð með staðlaðri natríumhýdroxíðlausn.

3. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

3.1. Vetnisperoxíð 0,2% (m/v). Tilreitt daglega.

3.2. Ortófosfórsýra $d_{4}^{25} = 1,75$.

3.3. Metanól.

3.4. Natríumhýdroxíð (0,01 M) staðallausn.

3.5. Köfnunarefni.

3.6. Litvísir: blanda 1 : 1 (v/v) metýlrautt (0,03% m/v í etanóli) og metýlblátt (0,05% m/v í etanóli). Lausnin er síuð.

4. BÚNAÐUR

4.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.

4.2. Eimingarbúnaður (sjá skýringarmynd).

5. VINNUAÐFERÐ

5.1. Um 2,5 g af sýninu eru vegin nákvæmlega og sett í eimingarkolbu A (sjá skýringarmynd).

5.2. 60 ml af vatni og 50 ml af metanóli (3.3) er bætt við og blandað saman.

5.3. 10 ml af vetnisperoxíði (3.1), 60 ml af vatni og nokkrir dropar af litvísí (3.6) eru settir í eimingarsafnkolbu D (sjá skýringarmynd). Nokkrum dropum af natríumhýdroxíði (3.4) er bætt út í uns litvísirinn verður grænn að lit.

5.4. Aðgerð samkvæmt 5.3 er endurtekin fyrir þvottaflösku E (sjá skýringarmynd)

5.5. Búnaðurinn er settur saman og flæði köfnunarefnis (3.5) stillt á um 60 loftbólur á mínútu.

5.6. 15 ml af ortófosfórsýru (3.2) er hellt í gegnum trektina á eimingarkolbu A.

5.7. Lausnin er hituð hratt að suðumarki og síðan látin sjóða við vægan hita í 30 mínútu.

5.8. Eimingarsafnkolba D er fjarlægð. Slangan er hreinsuð og síðan er títrað með natríumhýdroxíðlausn (3.4) uns litvísirinn verður grænn (3.6).

6. ÚTREIKNINGAR

Magn súlfíts eða vetnissúlfíts í sýninu miðað við massa er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{ m/m af brennisteinsdíoxíði} = \frac{3,2 \text{ MV}}{m}$$

þar sem:

M = mólstyrkur natríumhýdroxíðlausnarinnar (3.4),

V = rúmmál natríumhýdroxíðs (3.4) í millílítrum sem krafist er til títrunar (5.8),

m = massi sýnisins (5.1) í grömmum.

7. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef brennisteinsdíoxíðmagn er um 0,2% m/m má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,006%.

⁽¹⁾ ISO-staðall 5725.

Eimingarbúnaður fyrir brennisteinsdíoxíð samkvæmt aðferð Tanners

Allar mælieiningar eru í millímetrum

kúlur

ADGREINING OG ÁKVÖRÐUN KLÓRATA ALKALÍMÁLMA

UMFANG OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst aðferð til að aðgreina og ákvarða klóröt í tannkremi og öðrum snyrtivörum.

A. ADGREINING

1. **MEGINREGLA**
Klórötin eru skilin frá öðrum halötum með þunnlagsskiljun og aðgreind með oxun jodíðs og myndun jodís.
2. **HVARFEFNI**
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
 - 2.1. Tilvísunarlausnir: vatnslausnir kalíumklórats, brómats og jodats (0,2% m/v) sem tilreiddar eru rétt fyrir notkun.
 - 2.2. Ferðafasi: ammóníakslausn (28% m/v) asetón/bútanól (60/130/30 v/v/v).
 - 2.3. Kalíumjodíð, vatnslausn (5% m/v).
 - 2.4. Sterkjulausn (1 til 5% m/v).
 - 2.5. Saltsýra (1 M).
 - 2.6. Tilbúnað sellulósaplötur fyrir þunnlagsskiljun (0,25 mm).
3. **BÚNAÐUR**
Venjulegur búnaður fyrir þunnlagsskiljun.
4. **VINNUAÐFERÐ**
 - 4.1. Um það bil 1 g af sýninu er dregið út með vatni, síað og þynnt í um 25 ml.
 - 4.2. 2 μ l af lausninni (4.1) eru settir á plötuna (2.6) ásamt 2 μ l skömmtum af tilvísunarlausnunum þremur (2.1).
 - 4.3. Platan er sett í ílát fyrir rísandi þunnlagsskiljun og höfð þar þangað til ferðafasinn í 2.2 hefur færst fram um um það bil þrjá fjórðu hluta af lengd plötunnar (2.6).
 - 4.4. Platan er tekin upp úr ílátinu og leysiefnið látið gufa upp. (Ath.: Þetta getur tekið um tvær klukkustundir.)
 - 4.5. Platan er úðuð með kalíumjodíði (2.3) og látin þorna í um fimm mínútur.
 - 4.6. Platan er úðuð með sterkjulausn (2.4) og látin þorna í um fimm mínútur.
 - 4.7. Platan er úðuð með saltsýru (2.5).
5. **TÚLKUN**
Ef klórat er til staðar kemur í ljósblár (eða brúnn) blettur eftir hálfra klukkustund með R_F -gildi um það bil 0,7 – 0,8.

| Halöt | R_F |
|--------|-----------|
| Joðat | 0 – 0,2 |
| Brómat | 0,5 – 0,6 |
| Klórat | 0,7 – 0,8 |

Taka ber fram að brómötin og jodötin gefa svörum þegar í stað. Varast ber að rugla saman brómat- og klóratblettunum.

B. ÁKVÖRDUN

1. **SKILGREINING**
Klórátagn sýnisins sem ákvarðað er með þessari aðferð er gefið upp sem hundradshluti miðað við massa klórats.
2. **MEGINREGLA**
Klórát er afoxað með sinkdufti við súr skilyrði. Klóríðið sem myndast er mælt við breytiviðnámsstítrun með silfurnítratlausn. Sambærileg ákvörðun fyrir afoxun gerir kleift að greina hvort hallíð sé til staðar í sýninu.
3. **HVARFEFNI**
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
 - 3.1. Ediksýra, 80% (m/m).
 - 3.2. Sinkduft.
 - 3.3. Stöðluð lausn silfurnítrats (0,1 M).
4. **BÚNAÐUR**
 - 4.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.
 - 4.2. Breytiviðnámsmælir með silfurrafskauti.
5. **VINNUAÐFERÐ**
 - 5.1. **Undirbúningur sýnis**
Um það bil 2 g (m) af sýninu eru vegin nákvæmlega og sett í miðflótttaafllsskiljuglas. Um 15 ml af ediksýru (3.1) er bætt út í og blandað varlega saman. Beðið er í 30 mínútur og síðan skilið í miðflótttaafllsskilju í 15 mínútur við 2 000 snún./mín. Flotlausnin er flutt yfir í 50 ml mælikolbu. Miðflótttaafllsskiljunin er endurtekin tvisvar sinnum með því að bæta 15 ml af ediksýru (3.1) út í leifarnar. Lausninni með klóratinu er safnað í sömu mælikolbuna. Fyllt er að 50 ml markinu með ediksýru (3.1).
 - 5.2. **Afoxun klórats**
Notaðir eru 20 ml af lausn í 5.1 og 0,6 g af sinkdufti (3.2) bætt út í. Lausnin er hituð að suðumarki í kolbu sem tengd er gufupéttislöngu. Eftir 30 mínútna suðu er lausnin kæld og síuð. Kolban er skoluð með vatni. Skolvatnið er síað og sífökvarnir sameinaðir.
 - 5.3. **Ákvörðun klóríðs**
20 ml af lausninni í 5.2 eru títraðir með silfurnítrati (3.3) með því að nota breytiviðnámsmælinn (4.2). Á sama hátt eru 20 ml af lausn í 5.1 títraðir með silfurnítrati (3.3).
Ath.: Ef sýnið inniheldur bróm- eða jodafleiður sem mynda brómíð eða jodíð við afoxun verða nokkrir sveigjuskilpunktar á kúrfunni. Í þessu tilviki er magn títrunarlausnarinnar (3.3), sem samsvarar klóríði, mismunur síðasta og næstsíðasta endapunkts.
6. **ÚTREIKNINGAR**
Klórátagn sýnisins (% m/m) er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

$$\text{Klórát}(\text{ClO}_3^-) \% \text{ m/m} = \frac{20,9 (V - V') M}{m}$$
 þar sem:
 - V = rúmmál silfurnítratlausnarinnar (3.3) í millílítrum sem notuð er til að títra lausn í 5.2,
 - V' = rúmmál silfurnítratlausnarinnar (3.3) í millílítrum sem notuð er til að títra 20 millílítra af lausn í 5.1,
 - M = mólstyrkur stöðluðu silfurnítratlausnarinnar (3.3),
 - m = massi sýnisins í grömmum,
7. **TVÍMÆLINGAGILDI** ⁽¹⁾
Ef klórátagn er um 3 – 5% m/m má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,07% m/m .

⁽¹⁾ ISO-staðall 5725.

ADGREINING OG ÁKVÖRDUN NATRÍUMJODATS**UMFANG OG GILDISSVIÐ**

Hér er lýst aðferð til að aðgreina og ákvarða skol af snyrtivörum sem inniheldur natríumjodát.

A. ADGREINING**1. MEGINREGLA**

Natríumjodát er skilið frá öðrum halötum með þunnlagsskiljun og aðgreint með oxun jodíðs og myndun jodís.

2. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

2.1. Tilvísunarlausnir. Vatnslausnir kalíumklórats, brómats og jodats (0,01% m/v) sem tilreiddar eru rétt fyrir notkun.**2.2. Ferðafasi**

Ammóníakslausn (28% m/v)/aseton/bútanól (60/130/30 v/v/v).

2.3. Vatnslausn kalíumjodíðs (5% m/v).**2.4. Sterkjulausn (1 – 5% m/v).****2.5. Saltsýra (1 M).****3. BÚNAÐUR****3.1. Tilbúnaður sellulósaplötur fyrir þunnlagsskiljun (0,25 mm).****3.2. Venjulegur búnaður fyrir þunnlagsskiljun.****4. VINNUAÐFERÐ****4.1. Um það bil 1 g af sýninu er dregið út með vatni, síað og þynnt í um 10 ml.****4.2. 2 µl af þessari lausn eru settir á grunnlínu plötunnar (3.1) ásamt 2 µl af hverri lausnanna þriggja (2.1).****4.3. Platan er sett í ílát fyrir rísandi þunnlagsskiljun og höfð þar þangað til ferðafasinn hefur færst fram um þrjá fjórðu hluta af lengd plötunnar (2.2).****4.4. Platan er tekin upp úr ílátinu og leysiefnið látið gufa upp við stofuhita (*Ath.*: Þetta getur tekið um tvær stundir).****4.5. Platan er úðuð með kalíumjodíði (2.3) og látin þorna í um fimm mínútum.****4.6. Platan er úðuð með sterkjulausn (2.4) og látin þorna í um fimm mínútur.****4.7. Að lokum er platan úðuð með saltsýru (2.5).****5. TÚLKUN**

Ef jodát er til staðar kemur þegar í stað ljós blár blettur (bletturinn getur verið brúnn að lit eða orðið brúnn ef hann stendur) með R_F -gildi á bilinu 0 — 0,2.

Taka ber fram að brómöt gefa svörun þegar í stað, með R_F -gildi á bilinu 0,5 — 0,6 og klóröt eftir 30 mínútur, með R_F -gildi á bilinu 0,7 — 0,8.

B. ÁKVÖRDUN**1. SKILGREINING**

Natríumjodátmagn sem ákvarðað er með þessari aðferð er gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa þess.

2. MEGINREGLA

Natríumjodát er leyst upp í vatni og ákvarðað með háþrýstivökvaskiljun með því að nota fyrst C18-súlu með andhverfum fasa og síðan anjónaskiptisúlu.

3. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og henta vel til háþrýstivökva-skiljunar (HPLC).
- 3.1. Saltsýra (4 M).
- 3.2. Natríumsúlfítvatnslausn, 5% m/v.
- 3.3. Natríumjoðatstofnlausn.

Tilreidd er stofnlausn sem inniheldur 50 mg af natríumjoðati í hverjum 100 ml af vatni.
- 3.4. Kalíumdíhýdrógenortófosfat.
- 3.5. Dínatríumhýdrógenortófosfat, 2H₂O.
- 3.6. HPLC-ferðafasi: 3,88 g af kalíumdíhýdrógenortófosfati (3.4) og 1,19 g af dínatríumhýdrógenortófosfati, 2H₂O (3.5) eru leyst upp í 1 lítra af vatni.

Sýrustig lausnarinnar er 6,2.
- 3.7. Alhliða litvísispappír, pH-gildi 1 — 11.
4. BÚNAÐUR
- 4.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu.
- 4.2. Hringlaga síupappír, þvermál 110 mm, *Schleicher* og *Schüll* nr. 575 eða sambærilegur pappír.
- 4.3. Háþrýstivökvaskilja með nema með breytanlegri bylgjulengd.
- 4.4. Súlu: lengd: 120 mm; innra þvermál: 4,6 mm; fjöldi: tvær, raðtengdar; súla 1. – *Necleosil*^R 5 C18 eða sambærileg súla; súla 2. – *Vydac*TM-301-SB eða sambærileg súla.
5. VINNUAÐFERÐ
- 5.1. **Undirbúningur sýnis**
- 5.1.1. *Vökvasýni (háþrýstivökvasýni)*

Vegið er nákvæmlega um 1,0 g af sýninu og sett í 10 ml kvarðað tilraunaglas með glertappa eða mælikolbu.

Fyllt er að markinu með vatni og blandað saman.

Lausnin er síuð ef nauðsyn krefur.

Joðatið er ákvarðað í lausninni með háþrýstivökvaskiljun (HPLC) eins og lýst er í 5.2.
- 5.1.2. *Sýni í föstu formi (sápa)*

Hluti sýnisins er mulinn fínt og um það bil 1 g af prófsýninu vegið nákvæmlega og sett í 100 ml mæliglas með glertappa eða mælikolbu. Fyllt er að 50 ml markinu með vatni og hrist vandlega í eina mínútu. Lausnin er skilin í miðflóttaafllsskilju og síuð í gegnum síupappír (4.1) eða látin standa að minnsta kosti yfir nótt.

Hlaupkennd lausnin er hrist vandlega og síuð í gegnum síupappír (4.1).

Joðatið í síuvökvanum er ákvarðað með háþrýstivökvaskiljun (HPLC) eins og lýst er í 5.2.
- 5.2. **Vökvaskiljun**

Flæði: 1 ml/mín.

Bylgjulengd nemans (4.2): 210 nm.

Rúmmál lausnar sem sprautað er inn: 10 µl.

Mæling: flatarmál topps.
- 5.3. **Kvörðun**

1,0, 2,0, 5,0, 10,0 ml og 20,0 ml af natríumjoðatstofnlausn (3.3) eru fluttir með rennipípu yfir í 50 ml mælikolbur. Fyllt er að markinu og blandað saman.

Lausnirnar sem verða til á þennan hátt innihalda 0,01, 0,02, 0,05, 0,10 og 0,20 mg af natríumjoðati í hverjum millílítra.

10 µl af hverri staðaljoðatlausn er sprautað inn í vökvaskiljuna (4.2) þannig að graf fáiist. Flatarmál joðatoppisins er ákvarðað og kúrfa sem sýnir flatarmál toppsins sem fall af styrk natríumjoðatsins teiknuð.

6. ÚTREIKNINGAR

Natríumjoðatmagn í lausninni, gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m), er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{ (m/m) natríumjoðats} = \frac{Vc}{10 m}$$

þar sem:

m er massi prófsýnis í grömmum (5.1),

V er heildarrúmmál sýnislausnarinnar í millílítrum sem verður til eins og lýst er í 5.1,

c styrkur natríumjoðats, í millígrömmum í hverjum millílítra, eins og hann er lesinn af kvörðunarferlinum (5.3).

7. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef natríumjoðatmagn er um 0,1% (m/m) má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur 0,002%.

8. STAÐFESTING

8.1. Meginregla

Í sýrðri lausn af snyrtivöru er joðat (IO_3^-) afoxað í joðíð (I^-) með súlfíti og lausnin síðan rannsökuð með háþrýstivökvaskiljun (HPLC). Ef toppur með rástíma sem samsvarar rástíma joðats hverfur eftir meðhöndlun með súlfíti er líklegt að joðat myndi upprunalega toppinn.

8.2. Vinnuaðferð

5 ml af sýnislausninni sem verður til eins og lýst er í 5.1 eru færðir með rennipípu yfir í Erlenmeyer-kolbu.

pH-gildi lausnarinnar er stillt á 3 eða lægra gildi með saltsýru (3.1); alhliða litvísispappír (3.7).

Þrem dropum af natríumsúlfítlusn (3.2) er bætt út í og hrært saman við.

10 μl af lausninni er sprautað inn í vökvaskiljuna (4.2).

Grafið er borið saman við það sem kemur fram samkvæmt 5. lið fyrir sama sýni.

⁽¹⁾ ISO-staðall 5725.