

FYRSTA TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR

frá 22. desember 1980

um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi nauðsynlegar greiningaraðferðir til eftirlits með samsetningu snyrtivara

(80/1335/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 breytt með tilskipun 79/661/EBE ⁽²⁾, einkum 1. 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 framfylgt sé skilyrðum sem mælt er fyrir um í bandalagsákvæðum um samsetningu snyrtivara.

Ákveða ber, eins fljótt og kostur er, allar nauðsynlegar greiningaraðferðir. Fyrsta skrefið er fólgið í að ákveða sýnatökuaðferðir, aðferðir við undirbúning sýna, aðgreiningu og ákvörðun óbundins natríum- og kalíumhýdroxíðs, aðgreiningu og ákvörðun oxalsýru og basískra salta í hársnyrtivörum, ákvörðun klóróforms og sinks í tannkremi, ásamt aðgreiningu og ákvörðun fenólsúlfónsýru.

Ráðstafanir sem mælt er fyrir um í þessari tilskipun eru í samræmi við álit nefndarinnar er 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:

— sýnataka,

— undirbúningur sýna,

— aðgreining og ákvörðun óbundins natríum- og kalíumhýdroxíðs,

— aðgreining og ákvörðun oxalsýru og basískra salta í hársnyrtivörum,

— ákvörðun klóróforms í tannkremi,

— ákvörðun sinks,

— aðgreining og ákvörðun fenólsúlfónsýru,

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

2. gr.

Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórn-sýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 31. desember 1982.

Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

3. gr.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 22. desember 1980.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Richard BURKE
framkvæmdastjóri.⁽¹⁾ Stjttíð EB nr. L 262, 27. 9. 1976, bls. 169.⁽²⁾ Stjttíð EB nr. L 192, 31. 7. 1979, bls. 35.

VIDAUKI

I. SÝNATAKA ÚR SNYRTIVÖRUM

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Hér er lýst aðferð við sýnatöku úr snyrtivörum með hliðsjón af greiningu þeirra á einstökum rannsóknarstofum.
2. SKILGREINING
 - 2.1. *Grunnsýni:*
eining tekin úr framleiðslulotu sem boðin er til sölu.
 - 2.2. *Heildarsýni:*
öll grunnsýni með sama framleiðslulotunúmer.
 - 2.3. *Rannsóknarsýni:*
dæmigerður hluti heildarsýnisins sem á að greina á sérhverri rannsóknarstofu.
 - 2.4. *Prófsýni:*
nægjanlegt magn rannsóknarsýnis fyrir eina greiningu.
 - 2.5. *Ílát:*
hluturinn sem inniheldur vöruna og er í stöðugri, beinni snertingu við hana.
3. SÝNATÖKUADFERÐIR
 - 3.1. Sýnishorn eru tekin af snyrtivörum í upprunalegum flátum þeirra og send rannsóknarstofu til greiningar óopnuð.
 - 3.2. Gefa þarf út viðeigandi fyrirmæli um sýnatöku, þar sem notkun eða sala fer fram, úr snyrtivörum sem eru markaðssettar í stórum einingum eða seldar í smásölu í fláti, ólíku upprunalegum pakkningum framleiðanda.
 - 3.3. Fjöldi grunnsýna sem þarf til að undirbúa rannsóknarsýni miðast við greiningaraðferð og fjölda greininga sem á að framkvæma á hverri rannsóknarstofu.
4. AUÐKENNI SÝNA
 - 4.1. Innsigla skal sýni og auðkenna á sýnatökustað í samræmi við gildandi reglur í viðkomandi aðildarríki.
 - 4.2. Sérhvert grunnsýni skal bera eftirfarandi upplýsingar:
 - heiti snyrtivörunnar,
 - dagsetning, tími og staður sýnatöku,
 - heiti þess aðila sem ber ábyrgð á sýnatökunni,
 - heiti umsjónarmanns.
 - 4.3. Skýrslu um sýnatöku ber að gera í samræmi við gildandi reglur í viðkomandi aðildarríki.
5. GEYMSLA SÝNA
 - 5.1. Grunnsýni ber að geyma í samræmi við fyrirmæli framleiðandans á merkimiðanum, séu þau til staðar.
 - 5.2. Rannsóknarsýni ber að geyma í myrkri við 10 – 25°C, nema önnur skilyrði séu tilgreind.
 - 5.3. Óheimilt er að opna flát með grunnsýnum í fyrr en greining er um það bil að hefjast.

II. UNDIRBÚNINGUR PRÓFSÝNIS Á RANNSÓKNARSTOFU

1. ALMENNT
 - 1.1. Framkvæma ber greiningu á hverju grunnsýni fyrir sig, ef tók eru á. Ef grunnsýnið er of smátt ber að nota eins fá grunnsýni og unnt er. Þeim skal blanda vandlega saman áður en prófsýnið er tekið.

- 1.2. Ílátíð er opnað undir eðalgasi sé slíkt tilgreint í greiningaraðferðinni og nauðsynlegur fjöldi prófsýna tekinn eins fljótt og auðið er. Framkvæma ber síðan greininguna, helst tafarlaust. Ef geyma verður sýnið er ílátíð innsiglað á ný undir eðalgasi.
- 1.3. Snýrtivörur má tilreiða í fljótandi, föstu eða seigfljótandi formi. Ef snýrtivara, sem upphaflega er einsleit, skilur sig þarf að gera hana einsleita áður en prófsýnið er tekið.
- 1.4. Sé snýrtivara höfð til sölu á einhvern þann hátt sem veldur því að ekki er hægt að meðhöndla hana í samræmi við þessi fyrirmæli og ef engin ákvæði eru til um viðeigandi greiningaraðferð er heimilt að samþykkja sérstaka málsmeðferð að því tilskildu að hún komi fram í greiningarskýrslunni.
2. FLJÓTANDI FORM
- 2.1. Snýrtivörur í fljótandi formi eru t.d. lausnir í olíu, alkóhóli og vatni og snýrtivökvar, húðmjólk eða fljótandi krem sem pakka má í glös, flöskur, lykjur eða túpur.
- 2.2. **Taka prófsýnis:**
- ílátíð er hrist vandlega áður en það er opnað,
 - ílátíð er opnað,
 - nokkrum millílítrum af vökvanum er hellt í tilraunaglas svo hægt sé að skoða einkenni hans áður en prófsýnið er tekið.
 - ílátíð er innsiglað á ný, eða
 - nauðsynlegur fjöldi prófsýna er tekinn,
 - ílátíð er síðan innsiglað vandlega.
3. SEIGFLJÓTANDI FORM
- 3.1. Snýrtivörur í seigfljótandi formi eru t.d. þykk smyrslí, krem, þykk fleyti og kremhlaup sem pakka má í túpur, plastflöskur eða krukur.
- 3.2. **Taka prófsýnis**, um tvo kosti er að velja:
- 3.2.1. Ílát með þröngu opi. Að minnsta kosti 1 cm af efsta lagi vörunnar er fjarlægður. Prófsýnið er tekið og ílátíð innsiglað á ný þegar í stað.
- 3.2.2. Ílát með víðu opi. Yfirborðslagið er skafið burt. Prófsýnið er tekið og ílátíð síðan innsiglað á ný þegar í stað.
4. FAST FORM
- 4.1. Snýrtivörur í föstu formi eru t.d. laust púður, samþjappað púður og stautar sem pakka má á marga mismunandi vegu.
- 4.2. Taka prófsýnis, um tvo kosti er að velja:
- 4.2.1. Laust púður — áður en ílátíð með púðrinu er opnað er það hrist vandlega. Það er síðan opnað og prófsýnið tekið.
- 4.2.2. Samþjappað púður eða stautar — yfirborðslagið er skafið burt og prófsýnið síðan tekið.
5. VÖRUR Í UMBÚÐUM MEÐ HÆKKUÐUM ÞRÝSTINGI („úðabrúsar“)
- 5.1. Vörur þessar eru skilgreindar í 2. gr. tilskipunar ráðsins 75/324/EBE frá 20. maí 1975 ⁽¹⁾.
- 5.2. **Prófsýni:**
- Þegar ílátíð hefur verið hrist vandlega er nægjanlegt magn af innihaldi úðabrúsans sett með hjálp tengis (sjá t.d. skýringarmynd 1: í sérstökum tilfellum er krafist notkunar annarra tækja við greininguna) yfir í plasthúðaða glerflösku (skýringarmynd 4) sem á er úðaloki en ekki slanga. Á meðan á færslunni stendur er flöskunni haldið þannig að lokinn snúi niður. Þegar þessari aðferð er beitt sést innihaldið greinilega og birtist á fjóra eftirtalda vegu:

⁽¹⁾ Stjórtíð EB nr. L 147, 9. 6. 1975, bls. 40.

- 5.2.1. Úðinn er einsleit lausn og tilbúinn til greiningar.
- 5.2.2. Úðinn samanstendur af tveimur fljóttandi fösum. Hægt er að greina hvorn fasann fyrir sig eftir að sá neðri hefur verið aðskilinn og færður yfir í aðra flutningsflösku. Í þessu tilviki er fyrstu flutningsflöskunni haldið þannig að lokinn snúi niður. Neðri fasinn er oft vatnskenndur og án eldfimrar lofttegundar (t.d. samsetningin bútan/vatn).
- 5.2.3. Úðinn samanstendur af púðurögnum í sviflausn: Hægt er að greina vökvafasann eftir að púðrið hefur verið fjarlægð.
- 5.2.4. Froða eða krem: Fyrst eru 5 – 10 g af 2-metoxýetanóli nákvæmlega vegin og sett í flutningsflösku. Þetta efni kemur í veg fyrir að froða myndist á meðan verið er að lofttæma flöskuna og gerir kleift að fjarlægja eldfimar lofttegundir án þess að vökvafi fari til spillis.

5.3. Aukabúnaður

Tengið (skýringarmynd 1) er úr dúralúmín eða messing. Það er hannað fyrir mismunandi tegundir loka með því að nota pólýetýlenaðhæfi. Tengid á skýringarmynd 1 er gefið sem dæmi: einnig má nota önnur tengi (sjá skýringarmyndir 2 og 3). Flutningsflaskan (skýringarmynd 4) er úr glæru gleri húðuð með gagnsæju plastefni að utan til hlífðar. Hún tekur 50 – 100 ml. Hún er útbúin með úðaloka en er slöngulaus.

5.4. Aðferð

Til þess að hægt sé að flytja nógu mikið af sýninu verður að lofttæma flutningsflöskuna. 10 ml af díklórídífluormetani eða bútan (eftir því hvers konar úða á að rannsaka) eru því settir í flöskuna með tenginu og henni haldið þannig að lokinn sé efst, flaskan er síðan lofttæmd þangað til vökvafasinn er horfinn. Tengid er tekið af og flutningsflaskan vegin („a“-grömm). Úðabrusinn sem taka á sýnið úr er hristur vandlega. Tengid er síðan fest við lokann á úðabrusanum (lokinn snýr upp), flutningsflaskan (með flöskuhálsinn niður) er fest við tengid og síðan þrýst. Flutningsflaskan er fyllt að um það bil tveimur þriðju hlutum. Ef áfyllingu lýkur of snemma vegna þrýstingsjöfnunar er hægt að koma henni af stað aftur með því að kæla flutningsflöskuna. Tengid er tekið af, fulla flaskan vegin („b“-grömm) og síðan er þyngd úðasýnisins sem flutt hefur verið ákvörðuð, m_1 ($m_1 = b - a$).

Sýnið sem fæst á þennan hátt er síðan hægt að nota:

1. til venjulegrar efnagreiningar;
2. til greiningar rokgjarnra efnisþátta með gasgreiningu.

5.4.1. Efnagreining

Flutningsflöskunni er haldið þannig að lokinn snúi upp og er eftirfarandi framkvæmt:

- flaskan er lofttæmd. Ef lofttæmingin leiðir til froðumyndunar er notuð flutningsflaska, sem hefur verið sett í nákvæmlega vegið magn, (5 – 10 g) af 2-metoxýetanóli, með sprautu í gegnum tengid,
- síðustu leifar rokgjörnu efnanna eru fjarlægðar með því að hrista flöskuna í vatnsbaði við 40°C. Tengid er síðan tekið af,
- flutningsflaskan er vegin á ný („c“-grömm) til að ákvarða þyngd (m_2) leifanna ($m_2 = c - a$).
(Ath.: Þegar þyngd leifanna er reiknuð út skal þyngd 2-metoxýetanóls, sem notað hefur verið, dregin frá.)
- flutningsflaskan er opnuð með því að fjarlægja lokann,
- leifarnar eru leystar upp að fullu í þekktu magni af viðeigandi leysiefni,
- síðan er skammturinn ákvarðaður eins og ráð er fyrir gert.

Reikningsformúlurnar eru:

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

þar sem:

m_1 = massi úðans sem er settur á flutningsflöskuna,

m_2 = massi leifanna eftir hitun upp í 40°C,

r = hundraðshluti viðkomandi efnis í m_2 (ákvarðað í samræmi við viðeigandi aðferð);

R = hundraðshluti viðkomandi efnis í úðanum eins og hann kemur fyrir;

Q = heildarmassi viðkomandi efnis í úðabrusanum;

P = nettómassi upprunalega úðabrusans (grunnsýni).

5.4.2. *Greining rokgjarnra efnisþátta með gasgreiningu*

5.4.2.1. Meginregla

Hæfilegt magn er dregið upp úr flutningsflöskunni með sprautu. Því er síðan sprautað inn í gasgreininn.

5.4.2.2. Aukabúnaður

Sprauta, 25 eða 50 μ l að stærð (skýringarmynd 5). „*Precision Sampling*“ röð A2 eða samsvarandi sprauta. Við nálaenda sprautunnar er renniloki. Sprautan er tengd flutningsflöskunni með tengi á flöskunni og pólýetýlenslöngu á sprautunni (lengd: 8 mm og þvermál: 2,5 mm).

5.4.2.3. Aðferð

Þegar úðinn hefur verið settur á flutningsflöskuna í hæfilegu magni er keilulaga endi sprautunnar festur á flutningsflöskuna, eins og lýst er í 5.4.2.2. Lokinn er opnaður og hæfilegt magn af vökvanum sogað upp. Eyða skal loftbólum með því að hreyfa bulluna nokkrum sinnum (ef nauðsyn krefur er sprautan kæld). Lokanum er lokað þegar sprautubelgurinn inniheldur hæfilegt magn af lofttæmdum vökva og síðan er sprautan tekin af flutningsflöskunni. Nálin er sett á, sprautunni stungið í gasgreininn, lokinn opnaður og sprautað.

5.4.2.4. Innri staðall

Ef krafist er notkunar innri staðals er hann settur í flutningsflöskuna (með venjulegri glersprautu og tengi).

Skýringarmynd 1

Tengi P1

Skýringarmynd 2

Tengi M₂

til flutnings milli karl- og kvenkynsloka

Skýringarmynd 3

Tengi M₁

til flutnings milli tveggja karlkynsloka

Skýringarmynd 4

50 – 100 ml flutningsflaska

Skýringarmynd 5

Sprauta fyrir lofttegundir undir þrýstingi

III. ÁKVÖRÐUN OG AÐGREINING ÓBUNDINS NATRÍUM- OG KALÍUMHÝDROXÍÐS

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst aðferð til að aðgreina snyrtivörur sem innihalda umtalsvert magn af óbundnu natríum- og/eða kalíumhýdroxíði og til að ákvarða þessi efni í háraflíðunarvörum og naglabandaleysi.

2. SKILGREINING

Óbundið natríum- og kalíumhýdroxíð er skilgreint með rúmmáli staðalsýru sem þarf til að hlutleysa vöruna við ákveðin skilyrði þar sem niðurstöðumagnið er táknað sem hundraðshluti af massa (% m/m) óbundins natríumhýdroxíðs.

3. MEGINREGLA

Sýnið er leyst upp í vatni eða því blandað út í vatn og títrað með staðalsýru. pH-gildið er skráð í hvert skipti sem sýru er bætt út í: í einfaldri natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn er lokaniðurstaðan ótvíræð hámarksbreyting skráðs pH-gildis.

Einföld títrunarkúrfa getur aflagast þar sem eftirtalin efni eru notuð:

- a) ammóníak og aðrir veikir lífrænir basar sem hafa flata títrunarkúrfu. Ammóníak er fjarlægð með uppgufun við lækkaðan þrýsting og stofuhita;
- b) sölt veikra sýra sem kunna að hafa í för með sér títrunarkúrfu með nokkrum sveigjuskilpunktum. Í slíkum tilvikum svarar aðeins fyrsti hluti kúrfunnar að fyrsta punkti sveigjuskila til hlutleysingar hýdroxýljóna sem koma frá óbundnu natríum- eða kalíumhýdroxíði.

Annars konar aðferð, títrun í alkóhóli, er notuð þegar óhóflegar truflunar af völdum salta veikra ólífrænna sýra verður vart.

Enda þótt sá fræðilegi möguleiki sé fyrir hendi, að til staðar séu aðrir sterkir basar, t.d. litíumhýdroxíð eða fjórgreint ammóníumhýdroxíð, sem orsaki hækkun pH-gildisins er mjög ólíklegt er að þeir séu í þessari gerð snyrtivara.

4. AÐGREINING

4.1. Hvarfefni

4.1.1. Basísk staðaljafnalausn, pH 9,18 við 25°C: 0,05 M natríumtetrabórátdekahýdrat.

4.2. Búnaður

- 4.2.1. Venjulegur glerbúnaður rannsóknarstofu
- 4.2.2. pH-mælir
- 4.2.3. Glerhimmurafskaut
- 4.2.4. Staðlað viðmiðunarrafskaut úr kalómeli

4.3. Vinnuaðferð

pH-mælirinn er kvarðaður með rafskautunum með því að nota staðaljafnalausnina. Tilreidd er í vatni 10% lausn eða dreifilausn þess efnis sem greina á og hún síðan síuð. pH-gildið er mælt. Ef pH er 12 eða hærra er nauðsynlegt að magnákvörðun fari fram.

5. ÁKVÖRÐUN

5.1. Títrun í vatnsmiðli

- 5.1.1. Hvarfefni
 - 5.1.1.1. Staðalsaltsýra, 0,1 N
- 5.1.2. Búnaður
 - 5.1.2.1. Venjulegur glerbúnaður rannsóknarstofu,
 - 5.1.2.2. pH-mælir, helst með skrifara,
 - 5.1.2.3. Glerhimmurafskaut,
 - 5.1.2.4. Staðlað viðmiðunarrafskaut úr kalómeli

5.1.3. *Vinnuaðferð*

0,5 – 1,0 g af prófsýninu eru vegin nákvæmlega og sett í 150 ml bikarglas. Ef ammóníak er í sýninu er nokkrum suðusteinum bætt út í, bikarglasið er sett í lofttæmdan þurrkara og síðan lofttæmt með vatnsgeislalælu þangað til ammóníakslykt finnst ekki lengur (um þrjár klukkustundir).

100 ml af vatni er bætt við, leifarnar eru leystar upp eða þeim dreift og lausnin titruð með 0,1 N saltsýrulausn (5.1.1.1) og breytingar á pH-gildinu skráðar (5.1.2.2).

5.1.4. *Útreikningar*

Sveigjuskilpunktar títrunarkúrfunnar eru aðgreindir. Ef fyrsti sveigjuskilpunkturinn er fyrir neðan pH-gildið 7 þá er sýnið án natríum- eða kalíumhýdroxíðs.

Ef tveir eða fleiri sveigjuskilpunktar eru á kúrfunni skiptir aðeins sá fyrsti máli.

Veita þarf athygli rúmmáli títrunarlausnarinnar að fyrsta sveigjuskilpunktinum.

Bókstafurinn V gefur til kynna rúmmál títrunarlausnarinnar í millílítrum.

Bókstafurinn M gefur til kynna þyngd prófsýnisins í grömmum.

Magn natríum- og/eða kalíumhýdroxíðs í sýninu sem gefið er upp sem hundraðshluti af massa (% m/m) natríumhýdroxíðs og reiknað út með formúlunni:

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

Sú staða getur komið upp að þrátt fyrir að umtalsvert magn af natríum- og/eða kalíumhýdroxíði sé til staðar komi ekki fram greinilegir sveigjuskilpunktar á títrunarkúrfunni. Í slíkum tilvikum ber að endurtaka ákvörðunina í ísóprópanóli.

5.2. **Títrun í ísóprópanóli**5.2.1. *Hvarfefni*

5.2.1.1. Ísóprópanól

5.2.1.2. Staðalvatnslausn saltsýru, 1,0 N

5.2.1.3. Saltsýra 0,1 N í ísóprópanóli, tilreidd rétt fyrir notkun með því að þynna staðalvatnslausn saltsýrunnar 1,0 N með ísóprópanóli

5.2.2. *Búnaður*

5.2.2.1. Venjulegur glerbúnaður rannsóknarstofu

5.2.2.2. pH-mælir, helst með skrifara

5.2.2.3. Glerhimmurafskaut

5.2.2.4. Staðlað viðmiðunarrafskaut úr kalómeli

5.2.3. *Vinnuaðferð*

0,5 – 1,0 g af prófsýninu eru vegin nákvæmlega og sett í 150 ml bikarglas. Ef ammóníak er í lausninni er nokkrum suðusteinum bætt út í, bikarglasið er sett í lofttæmdan þurrkara og síðan lofttæmt með vatnsgeislalælu þangað til ammóníakslykt finnst ekki lengur (um þrjár klukkustundir).

100 ml af vatni er bætt við, leifarnar eru leystar upp eða þeim dreift og lausnin titruð með 0,1 N saltsýru í ísóprópanóli (5.2.1.3) og augljósar breytingar á pH-gildinu skráðar (5.2.2.2).

5.2.4. *Útreikningar*

Sjá 5.1.4. pH-gildi fyrsta sveigjuskilpunktsins er augljóslega um 9.

5.3. **Tvímælingagildi ⁽¹⁾**

Ef natríum- eða kalíumhýdroxíðinnihald er af stærðargráðunni 5% m/m, gefið upp sem natríumhýdroxíð, má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,25%.

⁽¹⁾ Sjá ISO/DIS 5725.

IV. ÁKVÖRÐUN OG AÐGREINING OXALSÝRU OG BASÍSKRA SALTA HENNAR Í HÁRSNYRTIVÖRUM**1. UMFANG OG GILDISSVIÐ**

Hér að aftan er lýst viðeigandi aðferð til að ákvarða og aðgreina oxalsýru og basísk sölt hennar í hársnyrtivörum. Hægt er að nota hana fyrir litlausar vatns/alkóhólausnir og vökva sem innihalda um 5% af oxalsýru eða samsvarandi magn af basísku oxalati.

2. SKILGREINING

Magn oxalsýru og/eða basískra salta hennar sem ákvörðuð eru með þessari aðferð er gefið upp sem hundradshluti af massa (m/m) óbundinnar oxalsýru í sýninu.

3. MEGINREGLA

Þegar öll neikvætt hlaðin yfirborðsvirk efni sem eru í blöndunni hafa verið fjarlægð með p-tólúidínhýdróklóríði er oxalsýran og/eða oxalötin látin botnfalla sem kalsíumoxalat og lausnin síðan síuð. Botnfallið er leyst upp í brennisteinssýru og títrað með kalíumpermanganati.

4. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika

- 4.1. Ammóníumasetatlausn, 5% m/m
- 4.2. Kalsíumklóríðlausn, 10% (m/m)
- 4.3. Etanól, 95% (v/v)
- 4.4. Koltetraklóríð
- 4.5. Díetýleter
- 4.6. p-tólúidín díhýdróklóríðlausn, 6,8% (m/m)
- 4.7. Kalíumpermanganatlausn, 0,1 N
- 4.8. Brennisteinssýra, 20% (m/m)
- 4.9. Saltsýra, 10% (m/m)
- 4.10. Natríumasetat trífýdrat
- 4.11. Ísedik
- 4.12. Brennisteinssýra (1:1)
- 4.13. Mettuð baríumhýdroxíðlausn

5. BÚNAÐUR

- 5.1. Skiltrekt, 500 ml
- 5.2. Bikarglös, 50 ml og 600 ml
- 5.3. Glersíudeigla, G-4
- 5.4. Mæliglös, 25 ml og 100 ml
- 5.5. Rennipípur, 10 ml
- 5.6. Sogkolbur, 500 ml
- 5.7. Vatnsgeislalæla
- 5.8. Hitamælir með kvarðanum 0 – 100°C
- 5.9. Segulhrærari með hitaskautasamstæðu
- 5.10. Segulmagnaður hrærípinni, teflonhúðaður
- 5.11. Mælípípa, 25 ml
- 5.12. Erlenmeyer-kolbur, 250 ml

6. VINNUAÐFERÐ

- 6.1. 6 – 7 g af sýninu eru vegin og sett í 50 ml bikarglas, sýrustigið er fært að 3 með þynntri saltsýru (4.9) og sýninu skolað yfir í skiltrektina með 100 ml af eimuðu vatni. 25 ml af etanóli (4.3), 25 ml af p-tólúidín díhýdróklóríðlausn (4.6) og 25 – 30 ml af koltetraklóríði (4.4) er bætt út í hverju á eftir öðru og hrist vandlega.
- 6.2. Þegar fasarnir hafa verið skildir að er neðri (lífræni) fasinn fjarlægður, útdrátturinn endurtekinn með hvarfefnunum í 6.1 og síðan er lífræni fasinn fjarlægður á ný.
- 6.3. Vatnslausnin er sett í 600 ml bikarglas og allar leifar af koltetraklóríði sem enn eru til staðar fjarlægðar með því að sjóða lausnina.
- 6.4. 50 ml af ammóníumasetatlausn (4.1) er bætt út í, lausnin hituð að suðumarki (5.9) og 10 ml af heitri kalsíumklóríðlausn (4.2) bætt út í sjóðandi lausnina um leið og hrært er í. Beðið er eftir að botnfallið setjist.

- 6.5. Aðgætt er hvort botnfallinu er lokið með því að bæta nokkrum dropum af kalsíumklóríðlausn (4.2) út í lausnina. Lausnin er síðan kæld niður í stofuhita og 200 ml af etanóli(4.3) bætt út í um leið og hrært er í (5.10). Lausnin er síðan látin standa í 30 mínútur.
- 6.6. Vökvinn er síaður í gegnum glersíudeiglu (5.3), botnfallinu er skolað með smáskammti af heitu vatni (50 – 60°C) ofan í deigluna og síðan þvegið með köldu vatni.
- 6.7. Botnfallið er þvegið fimm sinnum með smáskammti af etanóli (4.3), fimm sinnum með dálitlum díetýleter (4.5) og síðan leyst upp í 50 ml af heitri brennisteinssýru (4.8) með því að soga sýruna í gegnum síudeigluna undir lækkuðum þrýstingi.
- 6.8. Lausninni er hellt yfir í Erlenmeyer-kolbu (5.12) án þess að nokkuð fari til spillis og hún títruð með kalíumpermanganatlausn (4.7) þangað til hún verður ljósbleik að lit.

7. ÚTREIKNINGAR

Magn sýnisins sem gefið er upp sem hundraðshluti af massa oxalsýru er reiknað út með því að nota formúluna:

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

þar sem:

A er magn kalíumpermanganats 0,1 N sem er notað, mælt í samræmi við 6.8;

E er magn sýnisins í grömmum (6.1);

4,50179 er breytistuðull fyrir oxalsýru.

8. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef magn oxalsýru er um 5% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,15%.

9. AÐGREINING

9.1. Meginregla

Oxalsýra og/eða oxalöt eru látin botnfalla sem kalsíumoxalat og leyst upp í brennisteinssýru. Bætt er við sýruna smáskammti af kalíumpermanganatlausn sem aflitar sýruna og orsakar myndun koldíoxíðs. Þegar koldíoxíðið er látið streyma í gegnum baríumhýdroxíðlausn myndast hvítt botnfall baríumkarbónats (mjólkurkennt).

9.2. Vinnuaðferð

- 9.2.1. Hluti af sýninu sem á að greina er meðhöndlaður eins og lýst er í 6.1 – 6.3. Á þennan hátt eru öll hreinsiefni í sýninu fjarlægð.
- 9.2.2. Natríumasetati á hnífsoddi (4.10) er bætt út í um 10 ml lausnarinnar sem fæst í samræmi við 9.2.1 og síðan er lausnin sýrð með nokkrum dropum af ísedíki (4.11).
- 9.2.3. 10% kalsíumklóríðlausn (4.2) er bætt út í og lausnin síuð. Kalsíumoxalatbotnfallið er leyst upp í 2 ml af brennisteinssýru (1 : 1) (4.12).
- 9.2.4. Lausnin er sett í tilraunaglas og um 0,5 ml af 0,1 N kalíumpermanganatlausn (4.7) bætt út í í dropatali. Ef oxalat er í lausninni lýsist hún, fyrst smám saman en síðan hratt.
- 9.2.5. Um leið og kalíumpermanganati hefur verið bætt út í er viðeigandi glerglas með tappa sett yfir tilraunaglassið, innihaldið er hitað við vægan hita og koldíoxíðinu sem myndast safnað í mettaða baríumhýdroxíðlausn (4.13). Ef oxalsýra er í lausninni myndast mjólkurlitað ský úr baríumkarbónati eftir þrjár til fjórar mínútur.

⁽¹⁾ Sjá ISO/DIS 5725.

V. ÁKVÖRDUN KLÓRÓFORMS Í TANKREMI**1. UMFANG OG GILDISSVIÐ**

Þessi aðferð er notuð til að ákvarða klóróform í tannkremi með gasgreiningu. Með aðferðinni er hægt að ákvarða 5% klóróform eða minna.

2. SKILGREINING

Magn klóróforms sem ákvarðað er með þessari aðferð er gefið upp sem hundradshluti af massa vörunnar.

3. MEGINREGLA

Tannkremið er gert að sviflausn í blöndu af dímetýlformamíði/metanóli og bætt við þekktu magni af asetónitríli sem innri staðli. Eftir miðflótttaafsskiljun er gerð gasgreining á hluta vökvafasans og klóróformsmagnið reiknað út.

4. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

4.1. Þórapak Q, krómósorb 101 eða sambærilegt efni, 80 – 100 *mesh*

4.2. Asetónitríl

4.3. Klóróform

4.4. Dímetýlformamíð

4.5. Metanól

4.6. Innri staðallausn.

5 ml af dímetýlformamíði (4.4) eru fluttir með rennipípu yfir í 50 ml mælikolbu og nákvæmlega 300 mg (M_1 mg) af asetónitríli bætt út í. Síðan er fyllt að markinu með dímetýlformamíði og blandað saman.

4.7. Lausn til ákvörðunar á útslagsstuðli. Nákvæmlega 5 ml af innri staðallausn (4.6) eru fluttir með rennipípu yfir í 10 ml mælikolbu og nákvæmlega 300 mg (M_1 mg) af klóróformi bætt út í. Kolban er síðan fyllt með dímetýlformamíði að markinu og blandað saman.

5. BÚNAÐUR OG TÆKI

5.1. Fínvog

5.2. Gasgreinir með logajónunarnema

5.3. 5–10 μ l sprauta með kvarðaskiptingunni 0,1 μ l.

5.4. Belgrennipípur, 1, 4 og 5 ml.

5.5. Mælikolbur, 10 and 50 ml.

5.6. Tilraunaglós, um 20 ml, með skrúfuðum töppum, *Sovirel France* nr. 20 eða sambærileg glós. Skrúfaði tappinn hefur þéttilötu að innan sem er teflonhúðuð öðru megin.

5.7. Miðflótttaafsskilja.

6. VINNUAÐFERÐ**6.1. Ákjósanlegar aðstæður við gasgreiningu**

6.1.1. Efni súlunnar: gler

lengd: 150 cm

innra þvermál: 4 mm

ytra þvermál: 6 mm.

6.1.2. Fylla skal súluna með þórapak Q, krómósorb 101 eða sambærilegum efnum, 80 – 100 *mesh* (4.1) með því að nota titrara.

6.1.3. Logajónunarnemi: næmi hans er stillt þannig að þegar 3 μ l af lausninni í 4.7 er sprautað inn, verði hæð asetónitrílstoppsins um 3/4 af fullu útslagi.

6.1.4. *Lofttegundir:*

Burðarlofttegund, köfnunarefni, 65 ml flæði á mínútu.

Hjálparbúnaður: flæði lofttegunda til nemans er stillt þannig að flæði lofts eða súrefnis sé fimm eða tíu sinnum meira en flæði vetnis.

6.1.5. *Hiti:*

Sprautuhólf	210°C
Nemi	210°C
Súluofn	175°C

6.1.6. *Hraði skrifara:*

um 100 cm á klst.

6.2. **Undirbúningur sýnis**

Greiningarsýnið er tekið úr túpu sem hefur ekki verið opnuð áður. 1/3 hluti innihaldsins er fjarlægður, tappinn er látinn á túpuna aftur, innihaldinu er blandað vandlega saman og prófsýnið síðan tekið.

6.3. **Ákvörðun**

6.3.1. Vegin eru, með 10 mg nákvæmni, 6 – 7 g (M_0 g) af tannkremi sem er undirbúið samkvæmt 6.2 og sett ásamt þremur glerperlum í tilraunaglas með skrúfuðum tappa (5.6).

6.3.2. Nákvæmlega 5 ml af innri staðallausn (4.6), 4 ml af dímetýlformamíði (4.4) og 1 ml af metanóli (4.5) eru fluttir með rennipípu yfir í tilraunaglasíð, glasinu er lokað og blandað saman.

6.3.3. Glasið er hrist í hálf klukkustund í vélknúnum hristara. Tilraunaglasíð með tappanum á er síðan látið í miðflótttaafllsskilju í fimmtán mínútur, á þann hraða sem þarf til að framkalla greinilegan aðskilnað fasanna.

Athugasemd: Stöku sinnum kemur fyrir að vökvafasinn er enn gruggugur eftir miðflótttaafllsskiljunina. Hægt er að betrubæta það með því að bæta út í vökvafasann 1 – 2 g af natríumklóríði, láta botnfall setjast og setja vökvafasann á ný í miðflótttaafllsskiljuna.

6.3.4. 3 μ l af þessari lausn (6.3.3) er síðan sprautað inn við þær aðstæður sem lýst er í 6.1. Aðgerðin er endurtekin. Fyrir aðstæðurnar sem lýst er hér að ofan er hægt að gefa upp eftirfarandi rástíma til viðmiðunar:

metanól	um það bil 1 mínúta
asetonitríl	um það bil 2,5 mínútur.
klóróform	um það bil 6 mínútur.
dímetýlformamíð	> 15 mínútur

6.3.5. *Ákvörðun útslagsstuðuls*

3 μ l af lausn í 4.7 er sprautað inn til þess að ákvarða þennan stuðul. Aðgerðin er endurtekin. Útslagsstuðullinn er síðan ákvarðaður daglega.

7. **ÚTREIKNINGAR**7.1. **Útreikningar á útslagsstuðli**

7.1.1. Mæld er hæð asetónitríls- og klóróformstoppanna og breidd toppanna við hálfu hæð, flatarmál beggja toppa er síðan reiknað út með því að nota formúluna: hæð \times breidd við hálfu hæð.

7.1.2. Flatarmál asetónitríls- og klóróformstoppanna er ákvarðað á litskiljunargrafinu sem fæst í samræmi við 6.3.5 og útslagsstuðullinn (f_s) reiknaður út með því að nota eftirfarandi formúlu:

$$f_s = \frac{A_s \cdot M_i}{M_s \cdot A_i} = \frac{A_s \cdot 1/10 M}{A_i \cdot M_1}$$

þar sem:

f_s = útslagsstuðull klóróforms;

A_s = flatarmál klóróformstoppans (6.3.5);

A_i = flatarmál asetónitrílstoppans (6.3.5);

M_s = magn klóróforms í milligrömmum í hverjum 10 ml af lausninni sem um getur í 6.3.5 (= M_1);

M_i = magn asetónitríls í milligrömmum í hverjum 10 ml af lausninni sem um getur í 6.3.5 (= 1/10 M);

Meðaltal gildanna sem fást er reiknað út.

- 7.2 **Magn klóróforms reiknað út**
- 7.2.1. Flatarmál klóróforms- og asetónitrílstoppanna sem fæst á litskiljunargrafinu í vinnuaðferð sem lýst er í 6.3.4 er reiknað út í samræmi við 7.1.1.
- 7.2.2. Klóróformsmagn í tannkremi er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

$$\% X = \frac{A_s \cdot M_i}{f_s \cdot M_{sx} \cdot A_i} \cdot 100 \% = \frac{A_s \cdot M}{f_2 \cdot A_i \cdot M_o} \cdot 100$$

þar sem:

- % X = klóróformsmagn í tannkremi gefið upp sem massi;
 A_s = flatarmál klóróformstoppans (6.3.4);
 A_i = flatarmál asetónitrílstoppans (6.3.4);
 M_{sx} = massi sýnisins í millígrömmum sem um getur í 6.3.1 (= 1000·M_o);
 M_i = magn asetónitríls í millígrömmum í hverjum 10 ml af lausninni sem fæst samkvæmt 6.3.2 (1/10 M).

Meðaltal gildanna sem fást er reiknað út og niðurstaðan skráð með 0,1% nákvæmni.

8. **TVÍMÆLINGAGILDI** ⁽¹⁾
- Ef magn klóróforms er um 3% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,3%.

VI. ÁKVÖRDUN SINKS

1. **UMFANG OG GILDISSVIÐ**
- Með þessari aðferð er unnt að ákvarða hvort sink sé í snyrtivörum sem klóríð, súlfat og 4-hýdroxýbensensúlfónat eða blanda þessara sinksalta.
2. **SKILGREINING**
- Sinkmagn sýnisins er ákvarðað með fellingargreiningu sem *bis*(2-metýl-8-kínólýloxíð) og gefið upp sem hundraðshluti af massa sinks í sýninu.
3. **MEGINREGLA**
- Sinkmagn lausnarinnar er látið botnfalla sem sink *bis*(2-metýl-8-kínólýloxíð). Eftir að botnfallið hefur verið síað er það þurrkað og vegið.
4. **HVARFEFNI**
- Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 4.1. Óblandað ammóníak, 25% (m/m); $d_{20}^{20} = 0,91$
- 4.2. Ísedik
- 4.3. Ammóníumasetat
- 4.4. 2-metýlkínólín-8-ól
- 4.5. Ammóníaklausn, 6% (m/v)
- 240 g af óblönduðu ammóníaki (4.1) er sett í 1000 ml mælikolbu. Fyllt er að 1000 ml markinu með eimuðu vatni og blandað saman.
- 4.6. Ammóníumasetatlausn, 0,2 M
- 15,4 g af ammóníumasetati (4.3) eru leyst upp í eimuðu vatni, fyllt að 1000 ml marki mælikolbunnar og blandað saman.
- 4.7. 2-metýlkínólín-8-óllausn
- 5 g af 2-metýlkínólín-8-ól eru leyst upp í 12 ml af ísediki í 100 ml mælikolbu. Fyllt er að markinu með eimuðu vatni og blandað saman.
5. **BÚNAÐUR OG TÆKI**
- 5.1. Mælikolbur, 100 og 1000 ml
- 5.2. Bikarglös, 400 ml
- 5.3. Mæliglös, 50 og 150 ml
- 5.4. Kvarðaðar rennipípur, 10 ml

⁽¹⁾ Sjá ISO/DIS 5725.

- 5.5. Glersíudeigilur, G-4
- 5.6. Sogkolbur, 500 ml
- 5.7. Vatnsgeisladæla
- 5.8. Hitamælir með kvarðanum 0 – 100°C
- 5.9. Þurrkari með tilheyrandi þerri- og rakaefni, t.d. kísilhlaupi eða sambærilegu efni
- 5.10. Þurrkofn, stilltur á 150°C ± 2°C
- 5.11. pH-mælir
- 5.12. Hitaplata.

6. VINNUAÐFERÐ

- 6.1. 5 – 10 g (M grömm) af sýninu, sem innihalda um 50 – 100 mg af sinki, eru vegin og sett í 400 ml bikarglas. 50 ml af eimuðu vatni er bætt út í og blandað saman.
- 6.2. Fyrir hver 10 mg af sinki sem eru í lausninni (6.1) er bætt út í 2 ml af 2-metýlkinólín-8-ólusn (4.7) og blandað saman.
- 6.3. Efnablandan er þynnt með 150 ml af eimuðu vatni, hituð upp í 60°C (5.12) og 45 ml af 0,2M ammóníumasetatlausn (4.6) bætt út í og hrært í á meðan.
- 6.4. pH-gildi lausnarinnar er fært að 5,7 – 5,9 með 6% ammóníakslausn (4.5) og á meðan er hrært stöðugt í; pH-mælir er notaður til að mæla pH-gildi lausnarinnar.
- 6.5. Lausnin er látin standa í 30 mínútur. Hún er síðan síuð í gegnum G-4 síudeiglu, sem hefur verið þurrkuð (150°C), með vatnsgeisladælu og vegin eftir kælingu (M₀ grömm), botnfallið er síðan þvegið með 150 ml af 95°C heitu eimuðu vatni.
- 6.6. Deiglan er höfð í þurrkofni við 150°C í eina klukkustund.
- 6.7. Deiglan er tekin úr þurrkofninum, sett í þurrkarann (5.9) og vegin (M₁ grömm) þegar hún hefur verið kæld niður í stofuhita.

7. ÚTREIKNINGAR

Sinkmagn sýnisins sem gefið er upp sem hundraðshluti af massa (% m/m) er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

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

þar sem

M = massi sýnisins í grömmum í samræmi við 6.1;

M₀ = massi tómu, þurru síudeiglunnar í grömmum (6.5);

M₁ = massi síudeiglunnar í grömmum með botnfallinu (6.7).

8. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef magn sinks er um 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 0,1%.

VII. ÁKVÖRÐUN OG AÐGREINING 4-HÝDROXÝBENSENSÚLFÓNÝRU

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Þessi aðferð er notuð til að aðgreina og ákvarða 4-hýdroxýbensensúlfónýru í snyrtivörum, t.d. í úðavörum og andlitsmjólk.

2. SKILGREINING

Magn 4-hýdroxýbensensúlfónýru sem ákvarðað er í samræmi við þessa aðferð er gefið upp sem hundraðshluti af massa vatnsfrís sinks 4-hýdroxýbensensúlfónats í vörinni.

⁽¹⁾ Sjá ISO/DIS 5725.

3. MEGINREGLA
- Prófsýnið er þykkt undir lækkuðum þrýstingi, leyst upp í vatni og hreinsað með klóróformsútdrætti. 4-hýdroxýbensensúlfónsýra er ákvörðuð með jodtítrun á hluta af síuðu vatnslausninni.
4. HVARFEFNI
- Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 4.1. Óblönduð saltsýra, 36% (m/m) ($d_4^{20} = 1,18$)
- 4.2. Klóróform
- 4.3. Bútan-1-ól
- 4.4. Ísedik
- 4.5. Kalíumjodíð
- 4.6. Kalíumbromíð
- 4.7. Natríumkarbónat
- 4.8. Súlfanílsýra
- 4.9. Natríumnítrít
- 4.10. Kalíumbromat, 0,1 N
- 4.11. Natríumbíósúlfatlausn, 0,1 N
- 4.12. Sterkjuvatnslausn, 1% (m/v)
- 4.13. Natríumkarbónatvatnslausn, 2% (m/v)
- 4.14. Natríumnítrítvatnslausn, 4,5% (m/v)
- 4.15. Díþísónlausn í klóróformi, 0,05% (m/v)
- 4.16. Ferðafasi fyrir þunnlagsskiljun: bútan-1-ól/ísedik/vatn (4 : 1 : 5 hlutar miðað við rúmmál); þegar efnunum hefur verið blandað saman í skiltrektinni er neðri fasanum hent.
- 4.17. Pauly-hvarfefni
- 4,5 g af súlfanílsýru (4.8) eru leyst upp í 45 ml af óblandaðri saltsýru (4.1) og lausnin hituð á meðan og síðan þynnt með vatni að 500 ml. 10 ml af lausninni eru kældir í ísvatni og 10 ml af kaldri natríumnítrítlausn (4.14) bætt út í og hrært í á meðan. Lausnin er látin standa í 15 mínútur við 0°C (við þennan hita helst lausnin stöðug í 1 – 3 daga) og rétt áður en úðað er (7.5) er 20 ml af natríumkarbónatlausn (4.13) bætt út í.
- 4.18. Tilbúin sellulósplata fyrir þunnlagsskiljun; stærð: 20 × 20 cm, þykkt virka lagsins: 0,25 mm.
5. BÚNAÐUR OG TÆKI
- 5.1. Kolbur með kúlulaga botni og slípuðum glertappa, 100 ml
- 5.2. Skiltrekt, 100 ml
- 5.3. Erlenmeyer-kolba með slípuðum glertappa, 250 ml
- 5.4. Mælípípa, 25 ml
- 5.5. Belgrennípípa, 1, 2 og 10 ml að stærð
- 5.6. Kvörðuð rennípípa, 5 ml
- 5.7. Sprauta, 10 µl með kvarðaskiptingunni 0,1 µl
- 5.8. Hitamælir með kvarðanum 0 – 100°C
- 5.9. Vatnsbað með hitaskautasamstæðu
- 5.10. Þurrkofn, vel loftræstur og stilltur á 80°C
- 5.11. Venjulegur búnaður fyrir þunnlagsskiljun.
6. UNDIRBÚNINGUR SÝNIS
- Í aðferðinni sem hér er lýst til þess að aðgreina og ákvarða hýdroxýbensensúlfónsýru í úða eru notaðar leifar sem fást með því að hleypa út úr úðabrúsanum leysiefnum og eldfimur lofttegundum sem gufa upp við eðlilegan þrýsting.
7. AÐGREINING
- 7.1. 5 µl af leifunum (6) eða sýninu eru settir með sprautu á hvern punkt, alls sex punkta, sem liggja á byrjunarlínu, 1 cm frá ytri kanti þunnlagsplötunnar. (4.18).
- 7.2. Platan er sett í ílát með ferðafasa (4.16) og höfð þar þangað til fasinn hefur færst um 15 cm upp frá byrjunarlínunni.
- 7.3. Platan er tekin upp úr baðinu og þurrkuð við 80°C þangað til öll ediksýran hefur gufað upp. Platan er úðuð með natríumkarbónatlausn (4.13) og þurrkuð í andrúmsloftinu.

- 7.4. Helmingur plötunnar er hulinn með glerplötu og hinn helmingurinn úðaður með 0,05% díþísónlausn (4.15). Purpurarauðir blettir sem koma fram á plötunni gefa til kynna að sinkjónir séu til staðar.
- 7.5. Sá helmingur plötunnar sem þegar hefur verið úðaður er hulinn með glerplötu en hinn helmingurinn er úðaður með Pauly-hvarefnum (4.17). Gulbrúnir blettir á grafinu með Rf-gildi um 0,26 gefa til kynna að 4-hýdroxýbensensúlfónsýra sé til staðar og gulir blettir með Rf-gildi um 0,45 gefa til kynna að 3-hýdroxýbensensúlfónsýra sé til staðar.

8. ÁKVÖRÐUN

- 8.1. 10 g af sýninu eða leifunum (6.) eru vegin og sett í 100 ml kolbu með kúlulaga botni, vökvinn er látinn gufa upp að mestu í lofttæmi í hverfisvala yfir 40°C heitu vatnsbaði.
- 8.2. 10,0 ml (V₁ ml) af vatni eru fluttir með rennipípu yfir í kolbuna og leifarnar (8.1) sem verða eftir við uppgufunina leystar upp með upphitun.
- 8.3. Öll lausnin er flutt yfir í skiltrekt (5.2) og síðan dregin út tvisvar sinnum með 20 ml af klóróformi (4.2). Eftir hvorn útdrátt er klóróformsfasanum hent.
- 8.4. Vatnslausnin er síuð í gegnum fellingsíu. 1,0 eða 2,0 ml (V₂), eftir því magni hýdroxýbensensúlfónsýrusíuvökvans sem vonast er eftir, eru fluttir með rennipípu yfir í 250 ml Erlenmeyer-kolbu (5.3) og þynntir með 75 ml af vatni.
- 8.5. 2,5 ml af 36% saltsýru (4.1) og 2,5 g af kalíumbrómíði (4.6) er blandað saman við og lausnin hituð upp í 50°C yfir vatnsbaði.
- 8.6. 0,1 N kalíumbrómatlausn (4.10) er bætt út í með mælípípu þangað til 50°C heit lausnin verður gul að lit.
- 8.7. 3,0 ml af kalíumbrómatlausn (4.10) er bætt út í til viðbótar, tappinn settur á kolbuna og hún látin standa í 10 mínútur í vatnsbaði við 50°C.
- Ef lausnin verður litlaus eftir 10 mínútur, er 2,0 ml af kalíumbrómatlausn (4.10) bætt út í til viðbótar, tappinn settur á kolbuna og hún síðan hituð í 50°C heitu vatnsbaði í 10 mínútur. Heildarmagn kalíumbrómatlausnarinnar sem notað er (a) er skráð.
- 8.8. Lausnin er kæld niður í stofuhita, 2 g af kalíumjodíði (4.5) bætt út í og blandað saman.
- 8.9. Jodíð sem myndast er títrað með 0,1 N natríumþíósúlfatlausn (4.11). Skömmu áður en títrun lýkur er nokkrum dropum af sterkjulausn (4.12) bætt út í sem litvísi. Natríumþíósúlfatmagníð sem er notað er skráð (b).

9. ÚTREIKNINGAR

Sinkhýdroxýbensensúlfónatmagníð í sýninu eða leifunum (6.) sem gefið er upp sem hundradshluti af massa (% m/m) er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{ m/m sinkhýdroxýbensensúlfónat} = \frac{(a - b) \times V_1 \times 0,00514 \times 100}{m \times V_2}$$

þar sem:

- a = heildarmagn 0,1 N kalíumbrómatlausn í millílítrum sem bætt er út í (8.7),
 b = magn 0,1 N natríumþíósúlfatlausnar í millílítrum sem notað er við baktítrun (8.9),
 m = magn vörunnar eða leifanna sem er greint í millígrömmum (8.1),
 V₁ = rúmmál lausnarinnar í millílítrum sem fæst í samræmi við 8.2,
 V₂ = rúmmál uppleystra eimingarleifa sem notað er við greininguna (8.4).

Athugasemd: Þegar um úða er að ræða skal niðurstaða mælinga í % (m/m) leifanna (6.) gefin upp sem upprunaleg vara. Vísað er til reglna um sýnatöku úða að því er þessa breytingu varðar.

10. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef magn hýdroxýbensensúlfónats er um 5% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,5%.

11. TÚLKUN Á NIÐURSTÖÐUM

Samkvæmt tilskipun ráðsins 76/768/EEC um snyrtivörur er leyfilegur hámarksstyrkleiki sinks 4-hýdroxýbensensúlfónats í andlitsmjólk og lyktareyði 6% (m/m). Þessi fyrirmæli merkja að auk þess að ákvarða hýdroxýbensensúlfónatmagnnið skal einnig ákvarða sinkmagnnið. Ef sinkhýdroxýbensensúlfónatmagnnið (9.) er margfaldað með stuðlinum 0,1588 fæst lármarkssinkmagn í hundradshlutum (m/m) sem fræðilega verður að vera í vörunni með tilliti til hýdroxýbensensúlfónatmagnsins sem mælt hefur. Sinkmagnnið sem fæst með fellingarmælingu (sjá viðkomandi ákvæði) má hins vegar vera meira þar sem heimilt er að nota sinkklóríð og sinksúlfat í snyrtivörur.

⁽¹⁾ Sjá ISO/DIS 5725.