

FIMMTA TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR 93/73/EBE

frá 9. september 1993

um nauðsynlegar greiningaraðferðir til eftirlits með samsetningu snyrtivaraFRAMKVÆMDASTJÓRN 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 93/35/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.

Mæla ber fyrir um allar nauðsynlegar greiningaraðferðir eins fljótt og auðið er. Nú þegar hafa fjórir áfangar náðst með tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 80/1335/EBE ⁽³⁾, eins og henni var breytt með tilskipun 87/143/EBE ⁽⁴⁾, tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 82/434/EBE ⁽⁵⁾, eins og henni var breytt með tilskipun 90/207/EBE ⁽⁶⁾, og tilskipunum framkvæmdastjórnarinnar 83/514/EBE ⁽⁷⁾ og 85/490/EBE ⁽⁸⁾. Í fimmta áfanga er fjallað um hvernig bera skal kennsl á og ákvarða silfurnítrat, hvernig bera skal kennsl á og ákvarða selendísúlfíð í flösuþandi hárfvottalegi, ákvarða leysanlegt baríum og leysanlegt strontí-⁽¹⁾ Stj. tíð. EB nr. L 262, 27. 9. 1976, bls. 169.⁽²⁾ Stj. tíð. EB nr. L 151, 23. 6. 1993, bls. 32.⁽³⁾ Stj. tíð. EB nr. L 383, 31. 12. 1980, bls. 27.⁽⁴⁾ Stj. tíð. EB nr. L 57, 27. 2. 1987, bls. 56.⁽⁵⁾ Stj. tíð. EB nr. L 185, 30. 6. 1982, bls. 1.⁽⁶⁾ Stj. tíð. EB nr. L 108, 28. 4. 1990, bls. 92.⁽⁷⁾ Stj. tíð. EB nr. L 291, 24. 10. 1983, bls. 9.⁽⁸⁾ Stj. tíð. EB nr. L 295, 7. 11. 1985, bls. 30.

um í litarefnum í formi salta eða litaðra, óleysanlegra efna, hvernig bera skal kennsl á og ákvarða bensýlalkóhól, hvernig bera skal kennsl á sirkóníum og ákvarða sirkóníum, ál og klór í svitalyktareyði, öðrum en úðaefnum og bera kennsl á og ákvarða hexamidín, díbrómhexamidín, díbrómprópamidín og klórhexidín.

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

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

I. gr.

Aðildarríkin skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til að tryggja að við opinberar prófanir á snyrtivörum skuli:

- bera kennsl á og ákvarða silfurnítrat,
- bera kennsl á og ákvarða selendísúlfíð í flösuþandi hárfvottalegi,
- bera kennsl á leysanlegt baríum og leysanlegt strontíum í litarefnum í formi salta eða litaðra, óleysanlegra efna,
- bera kennsl á og ákvarða bensýlalkóhól
- bera kennsl á sirkóníum og ákvarða sirkóníum, ál og klór í svitalyktareyði, öðrum en úðaefnum,
- bera kennsl á og ákvarða hexamidín, díbrómhexamidín, díbrómprópamidín og klórhexidín,

í samræmi við þær aðferðir sem lýst er í viðaukanum.

2. gr.

1. Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórnslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 30. september 1994. Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

Þegar aðildarríkin samþykkja þessi ákvæði skal vera í þeim tilvísun í þessa tilskipun eða þeim fylgja slík tilvísun þegar þau verða birt opinberlega. Aðildarríkin skulu setja nánari reglur um slíka tilvísun.

2. Aðildarríkin skulu senda framkvæmdastjórninni helstu ákvæði úr landslögum sem samþykkt verða um mál-efni sem tilskipun þessi nær til.

3. gr.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 9. september 1993.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Christiane SCRIVENER

framkvæmdastjóri.

VIÐAUKI

AUÐKENNING OG ÁKVÖRÐUN SILFURNÍTRATS Í SNYRTIVÖRUM

A. Auðkenning

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er því lýst hvernig silfurnítrat er auðkennt sem silfur í snyrtivörum í vatnslausn.
2. *Meginregla*
Auðkenna má silfur með hinu einkennandi hvíta botnfalli sem það myndar með klóríðjónum.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. 2 M saltsýrulausn
 - 3.2. Ammóníakslausn: óþynnt ammóníumhýdroxíðlausn ($d_{20} = 0,88\text{g/ml}$) er þynnt með jafnstórum skammti af vatni og blandað vel.
 - 3.3. 2 M saltpéturssýrulausn
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
 - 4.2. Skilvinda.
5. *Greiningaraðferð*
 - 5.1. 2 M saltsýrulausn (3.1) er bætt í dropatali út í um 1 g af sýni í skilvinduglasi uns botnfellingu er lokið; blandað er saman og skilið í skilvindu.
 - 5.2. Ofanáfljótandi vökvanum er fleygt og botnfallið skolað einu sinni með fimm dropum af köldu vatni. Skolvökvanum er fleygt.
 - 5.3. Bætt er við vatni í sama mæli og botnfallið í skilvinduglasinu. Lausnin er hituð að suðu og hrært.
 - 5.4. Skilið er í skilvindu meðan lausnin er heit og ofanáfljótandi vökvanum fleygt.
 - 5.5. Nokkrum dropum af ammóníakslausn (3.2) er bætt út í botnfallið; blandað er saman og skilið í skilvindu.
 - 5.6. Nokkrum dropum af 2 M saltpéturssýrulausn (3.3) er bætt út í einn dropa af ofanáfljótandi vökvanum á glerþynnu.
 - 5.7. Hvítt botnfall gefur til kynna að um silfur sé að ræða.

B. Ákvörðun

1. *Umfang og gildissvið*
Þessi aðferð hentar til að ákvarða silfurnítrat sem silfur í snyrtivörum til að lita augnhár og augabrúnir.
2. *Meginregla*
Silfur er ákvarðað í vörunni með atómgleypnimælingu.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. 0,02 M saltpéturssýrulausn
 - 3.2. Silfurstaðallausnir.
 - 3.2.1. Silfurstofnstaðallausn, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ í 0,5 M saltpéturssýrulausn („SpectrosoL“ eða jafngildi þess).

- 3.2.2. Silfurstaðallaun, 100 µg/ml: 10 ml af silfurstofnstaðallaun (3.2.1) eru fluttir með rennipípu yfir í 100 ml mælikolbu. Fyllt er að marki með 0,02 M saltpéturssýrulaun (3.1) og blandað. Þessi staðallaun skal vera nýlögð og geymd í glerflösku úr dökku gleri.
4. *Búnaður*
- 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
- 4.2. Atómgleyfnitæki með „silfur-holkatódulampa“ (hollow-cathode lamp).
5. *Greiningaraðferð*
- 5.1. *Sýni tilreitt*
Um 0,1 g (m-gramm) af einsleitu sýni af vörunni er vegið nákvæmlega. Allt efnið er flutt yfir í eins lítra mælikolbu og fyllt að marki með 0,02 M saltpéturssýrulaun (3.1) og blandað.
- 5.2. *Aðstæður við atómgleyfnimælingu*
Logi: loft-asetýlen,
Bylgjulengd: 338,3 nm,
Bakgrunnsleiðrétting: já,
Eldsneytisskilyrði: veik blanda; til að ná hámarks-gleyfni er nauðsynlegt að stilla kjörhæð brennara og að ákvarða kjörskilyrði eldsneytis.
- 5.3. *Kvörðun*
- 5.3.1. 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 og 5,0 ml af silfurstaðallaun (3.2.2.) eru fluttir yfir í röð af 100 ml mælikolbum með rennipípu. Fyllt er að marki í hverri kolbu með 0,02 M saltpéturssýrulaun (3.1) og blandað. Þessar lausnir innihalda samsvarandi 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 og 5,0 µg af silfri í hverjum millílítra.
- 5.3.2. Gleyfni 0,02 M saltpéturssýrulaunarinnar (3.1) er mæld og það gildi sem fæst notað sem núllstyrkur silfurs á staðalkúrfunni. Gleyfni hvers silfurstaðals (5.3.1) er mæld. Útbúin er staðalkúrfa þar sem gleyfnigildin eru teiknuð sem fall af silfurstyrk.
- 5.4. *Ákvörðun*
Gleyfni sýnislausnarinnar (5.1) er mæld. Styrkur silfurs sem svarar til þess gleyfnigildis er lesinn af staðalkúrfunni.
6. *Reikningsaðferð*
Silfurníratinnihald sýnisins er reiknað sem hundradshluti miðað við massa (% m/m) með jöfnunni:

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

þar sem:

m = massi greiningarsýnis (5.1) í grömmum;
og

c = styrkur silfurs í sýnislausninni (5.1), í míkrogrömmum í hverjum millílítra, samkvæmt staðalkúrfunni.

7. *Tvímælingagildi⁽¹⁾*
Ef silfurníratinnihald er af stærðargráðunni 4% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,05% (m/m).

AUÐKENNING OG ÁKVÖRÐUN SELENDÍSÚLFÍÐS Í FLÖSUEYÐANDI HÁRÞVOTTALEGI

A. Auðkenning

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er því lýst hvernig selendísúlfíð er auðkennt sem selen í flösuþandi hárfvottalegi.
2. *Meginregla*
Selen er auðkennt með hinum einkennandi gula eða rauðgula lit sem myndast þegar það hvarfast við þvagefni og kalíumjodíð.

⁽¹⁾ ISO 5725.

3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. Óþynnt saltpéturssýra ($d_{20} = 1,42\text{g/ml}$).
 - 3.2. Þvagefni.
 - 3.3. Kalíumjodíðlausn, 10% (m/v): 10 g af kalíumjodíði eru leyst í 100 ml af vatni.
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
 - 4.2. 100 ml niðurbrotspípa.
 - 4.3. Hitablokk fyrir niðurbrotspípu.
 - 4.4. Síupappír (Whatman nr. 42 eða jafngildi).
5. *Greiningaraðferð*
 - 5.1. 2,5 ml af óþynntri saltpéturssýru (3.1) er bætt út í um 1 g af hárfvottalegi í niðurbrotspípu og hann látinn brotna niður við $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ í 30 mínútur á hitablokk fyrir niðurbrotspípu (4.3).
 - 5.2. Sýnið sem brotið hefur verið niður er þynnt í 25 ml með vatni og síað gegnum síupappír eða $0,45\text{ }\mu\text{m}$ himnusíu (4.4).
 - 5.3. 5 ml af vatni og 2,5 g af þvagefni(3.2) er bætt út í 2,5 ml af síuvökva og soðið. Lausnin er kæld og 1 ml af kalíumjodíðlausn (3.3) bætt út í.
 - 5.4. Gulur eða rauðgulur litur sem dökkar fljótt ef lausnin er látin standa gefur til kynna að selen sé í lausninni.

B. Ákvörðun

1. *Umfang og gildissvið*
Þessi aðferð hentar til að ákvarða selendísúlfíð sem selen í flösuþandi hárfvottalegi sem inniheldur allt að 4,5% (m/m) af selendísúlfíði.
2. *Meginregla*
Sýnið er brotið niður með saltpéturssýru og selen í efninu niðurbrotinu ákvarðað með atómgleypnimælingu.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. Óþynnt saltpéturssýra ($d_{20} = 1,42\text{g/ml}$).
 - 3.2. Saltpéturssýrulausn, 5% (v/v): 50 ml af óþynntri saltpéturssýru (3.1) er bætt út í 500 ml af vatni í bikarglasi og hrært af og til. Lausninni er hellt yfir í eins lítra mælikolbu og fyllt að marki með vatni.
 - 3.3. Selenstofnaðallausn, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ í 0,5 M saltpéturssýrulausn („SpectrosoL“ eða jafngildi þess).
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
 - 4.2. 100 ml niðurbrotspípa.
 - 4.3. Hitablokk fyrir niðurbrotspípu.
 - 4.4. Síupappír (Whatman nr. 42 eða jafngildi) eða $0,45\text{ }\mu\text{m}$ himnusía.
 - 4.5. Atómgleypnitæki með „silfur-holkatódulampa (hollow-cathode lamp).

5. *Greiningaraðferð*
- 5.1. *Sýni tilreitt*
- 5.1.1. Um 0,2 g (m-gramm) af einsleitu sýni af hárfvottalegi eru vegin nákvæmlega í niðurbrotspípu (4.2).
- 5.1.2. 5 ml af óþynntri saltpéturssýru (3.1) er bætt út í og sýnið látið brotna niður við 150 °C í eina klukkustund á hitablokk fyrir niðurbrotspípu (4.3).
- 5.1.3. Lausnin er látin kólna og þynnt í 100 ml með vatni. Síað er gegnum síupappír eða 0,45 µm himnusú (4.4) og síuð lausnin geymd til ákvörðunar.
- 5.2. *Aðstæður við atómgleypnimælingu*
Logi: loft-asetýlen,
Bylgjulengd: 196,0 nm,
Bakgrunnsleiðrétting: já,
Eldsneytisskilyrði: veik blanda; til að ná hámarks-gleyptni er nauðsynlegt að stilla kjörhæð brennara og ákvarða kjörskilyrði eldsneytis.
- 5.3. *Kvörðun*
- 5.3.1. 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 og 5,0 ml af selenstofnstaðallaun (3.3.) eru fluttir yfir í röð af 100 ml mælikolbum með rennipípu. Fyllt er að marki í hverri kolbu með 5% (v/v) saltpéturssýrulaun (3.2) og blandað. Þessar lausnir innihalda samsvarandi 10, 20, 30, 40 og 50 µg af selen í hverjum millílítra.
- 5.3.2. Gleyptni 5% (v/v) saltpéturssýrulaun (3.2) er mæld og það gildi sem fæst notað sem núllstyrkur selens á staðalkúrfunni. Gleyptni hvers selenstaðals (5.3.1) er mæld. Útbúin er staðalkúrfa þar sem gleyptnigildin eru teiknuð sem fall af selenstyrk.
- 5.4. *Ákvörðun*
Gleyptni sýnislausnarinnar (5.1.3) er mæld. Styrkur selens sem svarar til þess gleyptnigildis er lesinn af staðalkúrfunni.
6. *Reikningsaðferð*
Selendísúlfíðinnihald sýnisins er reiknað sem hundradshluti miðað við massa (% m/m) með jöfnunni:
- $$\% (m/m) \text{ selendísúlfíðs} = \frac{1,5748 \times c}{10 \times m}$$
- þar sem:
- m = massi greiningarsýnis (5.1.1) í grömmum;
og
- c = styrkur selens í sýnislausninni (5.1.3), í míkrogrömmum í hverjum millílítra, samkvæmt staðalkúrfunni.
7. *Tvímælingagildi⁽¹⁾*
Ef selendísúlfíðinnihald er af stærðargráðunni 4% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,05% (m/m).

ÁKVÖRDUN LEYSANLEGS BARÍUMS OG STRONTÍUMS Í LITAREFNUM Í FORMI SALTA EÐA LITAÐRA, ÓLEYSANLEGRA EFNA

A. Ákvörðun leysanlegs baríums

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er lýst ákvörðun og útdrætti leysanlegs baríums úr litarefnum í formi salta eða litaðra, óleysanlegra efna.
2. *Meginregla*
Litarefnið er dregið út með 0,07 M saltsýrulaun við skilgreind skilyrði og baríuminnihald útdráttarins ákvarðað með atómgleypnimælingu.

⁽¹⁾ ISO 5725.

3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. Hreint etanól.
 - 3.2. 0,07 M saltsýrulausn.
 - 3.3. 0,5 M saltsýrulausn.
 - 3.4. Kalíumklóríðlausn, 8% (m/v): 16 g af kalíumklóríði eru leyst upp í 200 ml af 0,07 M saltsýrulausn (3.2).
 - 3.5. Baríumstaðallausn
 - 3.5.1. Baríumstofnstaðallausn, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ í 0,5 M saltpéturssýrulausn, („Spectrosol“ eða jafngildi þess).
 - 3.5.2. Baríumstaðallausn, 200 $\mu\text{g/ml}$: 20,0 ml af baríumstofnstaðallausninni (3.5.1) eru fluttir yfir í 100 ml mælikolbu með rennipípu. Fyllt er marki með 0,07 M saltsýrulausn (3.2) og blandað.
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
 - 4.2. pH-mælir með $\pm 0,02$ eininga nákvæmni.
 - 4.3. Kolbuhristari (sem líkir eftir hreyfingu úlnliðar)
 - 4.4. Himnusía með 0,45 μm holustærð.
 - 4.5. Atómgleypnitæki með „baríum-holkatódulampa“ (hollow-cathode lamp).
5. *Greiningaraðferð*
 - 5.1. Sýni tilreitt
 - 5.1.1. Um 0,5 g (m-gramm) af litarefni eru vegin nákvæmlega í Erlenmeyerkolbu. Til að tryggja nægilegt magn fyrir nægilega virkni skal ekki nota kolbu sem rúmar minna en 150 ml.
 - 5.1.2. 1,0 ml af etanóli (3.1) er bætt út í með rennipípu og kolbunni snúið til að vel blotni í litarefninu. Nákvæmum skammti af 0,07 M saltsýrulausn (3.2), þar sem hlutfall sýrurúmmáls og massa litarefnis er nákvæmlega 50 ml fyrir hvert gramm, er bætt út í með mælipípu. Heildarrúmmál útdráttarleysis, þar með talið etanól, skal vera V ml. Innihald kolbunnar er látið hringsnúast í 5 sekúndur til að tryggj sé að það blandist vel.
 - 5.1.3. pH-gildi þeirrar sviflausnar sem kemur fram er mælt með pH-mæli (4.2) og sé það yfir 1,5 er 0,5 M saltsýrulausn (3.3) bætt í dropatali út í uns það er á bilinu 1,4 til 1,5.
 - 5.1.4. Tappi er settur í kolbuna og hún hrist án tafar í 60 mínútur í kolbuhristara (4.3). Stilla skal hristarann á nægilega mikinn hraða til að froða myndist. Lausnin er síuð gegnum 0,45 μm himnusíu (4.4) og síuvökvanum safnað. Sfa skal útdráttinn áður en hann er settur í skilvindu. 5,0 ml af síuvökvanum eru fluttir með rennipípu yfir í 50 ml mælikolbu; fyllt er að marki með 0,07 M saltsýrulausn (3.2) og blandað. Þessi lausn er notuð til ákvörðunar á strontíum (B-hluti)
 - 5.1.5. 5,0 ml af kalíumklóríðlausn (3.4) og hluti (W_{Ba}) af þynntum síuvökva (5.1.4) eru fluttir með rennipípu yfir í 100 ml mælikolbu þannig að væntanlegur baríumstyrkur verði milli 3 og 10 μg fyrir hvern millílítra. (Hæfilegt er byrja með 10 ml skammt.) Fyllt er að marki með 0,07 M saltsýrulausn (3.2) og blandað.
 - 5.1.6. Baríumstyrkur lausnarinnar (5.1.5) er ákvarðaður með atómgleypnimælingu samdægurs.
 - 5.2. Aðstæður við atómgleypnimælingu
Logi: díkófnunarefnisoxíð/asetýlen,
Bylgjulengd: 553,5 nm,
Bakgrunnsleiðrétting: nei,
Eldsneytisskilyrði: veik blanda; til að ná hámarksgleyfni er nauðsynlegt að stilla kjörhæð brennara og ákvarða kjörskilyrði eldsneytis.

- 5.3. **Kvörðun**
- 5.3.1. 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 og 5,0 ml af baríumstofnaðallaun (3.5.2) eru fluttir yfir í röð af 100 ml mælikolbum með rennipípu. 5,0 ml af kalíumklóríðlaun (3.4) eru settir í hverja kolbu með rennipípu; fyllt er að marki með 0,07 M saltsýrulaun (3.2) og blandað. Þessar lausnir innihalda samsvarandi 2,0, 4,0, 6,0 8,0 og 10,0 μg af baríum í hverjum millílítra.
Á sama hátt er útbúin núllaun þar sem baríumstaðallauninni er sleppt.
- 5.3.2. Gleypni núllaunarinnar (5.3.1) er mæld og það gildi sem fæst notað sem núllstyrkur baríums á staðalkúrfunni. Gleypni hvers baríumstaðals (5.3.1) er mæld. Útbúin er staðalkúrfa þar sem gleypnigildin eru teiknuð sem fall af baríumstyrk.
- 5.4. **Ákvörðun**
Gleypni sýnislausnarinnar (5.1.5) er mæld. Styrkur baríums sem svarar til þess gleypnigildis er lesinn af staðalkúrfunni.
6. **Reikningsaðferð**
Leysanlegt baríuminnihald (% m/m) litarefnisins fæst með jöfnunni:

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

þar sem:

m = massi greiningarsýnis (5.1.1) í grömmum;

c = styrkur baríums í sýnislausninni (5.1.5), í míkrogrömmum í hverjum millílítra, samkvæmt staðalkúrfunni;

V = heildarrúmmál útdráttarleysis í millílítrum (5.1.2);
og

W_{Ba} = rúmmál útdráttar, í millílítrum, sem tekin er samkvæmt 5.1.5.

7. **Tvímælingagildi⁽¹⁾**
Metin tvímælingagildismörk (ISO 5725) fyrir þessa aðferð eru 0,3% fyrir leysanlegt baríuminnihald sem er 2% (m/m).
8. **Athugasemdir**
- 8.1. Við ákveðin skilyrði getur baríumgleypni aukist vegna kalsíum. Unnt er að vinna gegn þessu með því að bæta við magníumjónum að styrk 5 g/l⁽¹⁾
- 8.2. Heimilt er að nota span-tengd plasma — mælingu á ljósútgeislun í stað logaátómgleypnimælingu.

B. Ákvörðun leysanlegs strontíums

1. **Umfang og gildissvið**
Í þessari aðferð er lýst ákvörðun og útdrætti leysanlegs strontíums úr litarefnum í formi salta eða litadra, óleysanlegra efna.
2. **Meginregla**
Litarefnið er dregið út með 0,07 M saltsýrulaun við skilgreind skilyrði og strontíuminnihald útdráttarins ákvarðað með atómgleypnimælingu.
3. **Hvarfefni**
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
- 3.1. Hreint etanól.
- 3.2. 0,07 M saltsýrulaun.
- 3.3. Kalíumklóríðlaun, 8% (m/v): 16 g af kalíumklóríði eru leyst upp í 200 ml af 0,07 M saltsýrulaun (3.2).

⁽¹⁾ „Magnesium as modifier for the determination of barium by flame atomic emission spectrometry“. Jerrow, M. *et al.*, *analytical proceedings*, 1991, 28,40.

- 3.4. Strontíumstaðallausn
- 3.4.1. Strontíumstofnstaðallausn, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ í 0,5 M saltpéturssýrulausn, („SpectrosoL“ eða jafngildi þess).
- 3.4.2. Strontíumstaðallausn, 100 $\mu\text{g/ml}$: 10,0 ml af strontíumstofnstaðallausninni (3.4.1) eru fluttir yfir í 100 ml mælikolbu með rennipípu. Fyllt er að marki með 0,07 M saltsýrulausn (3.2) og blandað.
4. *Búnaður*
- 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
- 4.2. Himnusía með 0,45 μm holustærð.
- 4.3. Atómgleypnimælir með „strontíum-holkatódulampa“ (hollow-cathode lamp).
5. *Greiningaraðferð*
- 5.1. *Sýni tilreitt*
Lausn tilreidd eins og í A.5.1.4 er notuð til að ákvarða leysanlegt strontíuminnihald.
- 5.1.1. 5,0 g af kálfumklóríðlausn (3.3) og hluti (W_{Sr} ml) af þynntum súvökva (A.5.1.4) eru fluttir með rennipípu yfir í 100 ml mælikolbu þannig að væntanlegur strontíumstyrkur verði milli 2 og 5 μg fyrir hvern millílítra. (Hæfilegt er að byrja með 25 ml skammt.) Fyllt er að marki með 0,07 M saltsýrulausn (3.2) og blandað.
- 5.1.2. Strontíumstyrkur lausnarinnar (5.1.1) er ákvarðaður með atómgleypnimælingu samdægurs.
- 5.2. *Aðstæður við atómgleypnimælingu*
Logi: díkõfnunarefnisoxíð/asetýlen,
Bylgjulengd: 460,7 nm,
Bakgrunnsleiðrétting: nei,
Eldsneytisskilyrði: veik blanda; til að ná hámarks-gleyfni er nauðsynlegt að stilla kjörhæð brennara og ákvarða kjörskilyrði eldsneytis.
- 5.3. *Kvörðun*
- 5.3.1. 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 og 5,0 ml af strontíumstofnstaðallausn (3.4.2) eru fluttir yfir í röð af 100 ml mælikolbum með rennipípu. 5,0 ml af kálfumklóríðlausn (3.3) eru settir í hverja kolbu með rennipípu; fyllt er að marki með 0,07 M saltsýrulausn (3.2) og blandað. Þessar lausnir innihalda samsvarandi 1,0, 2,0, 4,0 og 5,0 μg af strontíum í hverjum millílítra.
Á sama hátt er útbúin núlllausn þar sem strontíumstaðallausninni er sleppt
- 5.3.2. Gleyfni núlllausnarinnar (5.3.1) er mæld og það gildi sem fæst notað sem núllstyrkur strontíums á staðalkúrfunni. Gleyfni hvers strontíumstaðals (5.3.1) er mæld. Útbúin er staðalkúrfa þar sem hámarks-gleyfni er teiknuð sem fall af styrk strontíum.
- 5.4. *Ákvörðun*
Gleyfni sýnislusnarinnar (5.3.1) er mæld. Styrkur strontíums sem svarar til þess gleyfnigildis er lesinn af staðalkúrfunni.
6. *Reikningsaðferð*
Leysanlegt strontíuminnihald (% m/m) litarefnisins fæst með jöfnunni:
- $$\% (\text{m/m}) \text{ leysanlegs strontíums} = \frac{c \times V}{10W_{\text{Sr}} \times m}$$
- þar sem:
- m = massi greiningarsýnis (A.5.1.1) í grömmum;
- c = styrkur strontíums í sýnislusninni (5.1.1), í mkrógrömmum í hverjum millílítra, samkvæmt staðalkúrfunni;
- V = rúmmál útdráttarleysis í millílítrum (A.5.1.2);
og
- W_{Sr} = rúmmál útdráttar, í millílítrum, sem tekin er samkvæmt 5.1.1.
7. *Tvímælingagildi*
Metin tvímælingagildismörk (ISO 5725) fyrir þessa aðferð eru 0,09% fyrir leysanlegt strontíuminnihald sem er 0,6% (m/m).

8. *Athugasemd*
Heimilt er að nota span-tengd plasma — mælingu á ljósútgeislun í stað logaatómgleypnimælingu.

AUÐKENNING OG ÁKVÖRÐUN BENSÝLALKÓHÓLS Í SNYRTIVÖRUM

A. Auðkenning

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er lýst hvernig bensýlalkóhól er auðkennt í snyrtivörum.
2. *Meginregla*
Bensýlalkóhól er auðkennt með þunnlagsskiljun á kísilgelplötum.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. Bensýlalkóhól.
 - 3.2. Klóróform.
 - 3.3. Hreint etanól.
 - 3.4. n-pentan.
 - 3.5. Framköllunarvökvi: díetýleter.
 - 3.6. Bensýlalkóhólstaðallausn: 0,1 g af bensýlalkóhóli (3.1) er vegið í 100 ml mælikolbu, fyllt er að marki með etanóli (3.3) og blandað.
 - 3.7. Þunnlagsskiljuplötur: gler, 100 × 200 mm eða 200 × 100 mm, þakið 0,25 mm kísilgellagi 60 F₂₅₄.
 - 3.8. Framköllunarefni: 12-mólybdófosfórsýra, 10% (m/v) í etanóli (3.3).
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður fyrir þunnlagsskiljun.
 - 4.2. Ílát fyrir þunnlagsskiljun, tvöfalt ílát, heildarumfang um 80 mm × 230 mm × 240 mm.
 - 4.3. Pappír fyrir þunnlagsskiljun: Whatman eða jafngildi hans.
 - 4.4. Lampi með útfjólubláu ljósi, bylgjulengd 254 nm.
5. *Greiningaraðferð*
 - 5.1. *Sýni tilreitt*
1,0 g af vörunni sem greina á er vegið í 10 ml mælikolbu. 3 ml af klóróformi (3.2) er bætt út í og rækilega hrist uns varan hefur dreifst. Fyllt er að marki með etanóli (3.3) og hrist rækilega til þess að lausnin verði tær eða því sem næst tær.
 - 5.2. *Þunnlagsskiljun*
 - 5.2.1. Ílátíð fyrir þunnlagsskiljun (4.2) er mettað með n-pentan (3.4) á eftirfarandi hátt: Aftari hlið ílátsins er klædd með þunnlagsskiljupappír (4.3) og þess gætt að neðri brún pappírsins sé í vökvanum. 25 ml af n-pentan (3.4) eru settir í ílátíð með því að hella leysinum á yfirborð pappírsklæðningarinnar. Lokið er sett á án tafar og keríð látið standa í 15 mínútur.
 - 5.2.2. 10 μ l af sýnislausninni (5.1) og 10 μ l af bensýlalkóhólstaðallausninni (3.6) eru settir með hæfilegu millibili eftir upphafslínu plötunnar (3.7). Blettirnir eru látinir þorna.
 - 5.2.3. 10 ml af díetýleter (3.5) eru settir með rennipípu að framan í ílát og platan (5.2.2) strax á eftir. Lokið er sett á ílátíð án tafar og platan höfð þar uns vökvinn á plötunni hefur náð 150 mm. Platan er tekin úr þunnlagsskiljuflátinu og látin þorna við stofuhita.

- 5.2.4. Platan (5.2.3) er skoðuð undir útfjólubláu ljósi og merkt við stöðu fjólubláu blettanna. Framköllunarefni (3.8) er úðað á plötuna og hún hituð í 120 °C í um 15 mínútur. Bensýlalkóhól birtist sem dökkblár blettur.
- 5.2.5. R_f -gildi er reiknað út fyrir bensýlalkóhólstaðallausnina. Dökkblár blettur með sama R_f -gildi fyrir sýnislausnina gefur bensýlalkóhól til kynna.
Greiningarmörk: 0,1 μ g af bensýlalkóhóli.

B. Ákvörðun

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er lýst ákvörðun bensýlalkóhóls í snyrtivörum.
2. *Skilgreining*
Bensýlalkóhólinnihald ákvarðað með þessari aðferð er gefið til kynna sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m).
3. *Meginregla*
Sýnið er dregið út með metanóli og bensýlalkóhólinnihald í útdrættinum ákvarðað með hágæðavökvaskiljun (HPLC).
4. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og hæfa hágæðavökvaskiljun, þar sem það á við.
 - 4.1. Metanól.
 - 4.2.4. 4-etoxyfenól.
 - 4.3. Bensýlalkóhól
 - 4.4. Ferðafasi: metanól (4.1)/vatn (45 : 55; v/v).
 - 4.5. Bensýlalkóhólstofnlausn: um 0,1 g af bensýlalkóhóli (4.3) eru nákvæmlega vegin í 100 ml mælikolbu. Fyllt er að marki með metanóli (4.1) og blandað.
 - 4.6. Innri staðalstofnlausn: um 0,1 g af 4-etoxyfenól (4.2) eru nákvæmlega vegin í 100 ml mælikolbu. Fyllt er að marki með metanóli (4.1) og blandað.
 - 4.7. Staðallausn: bensýlalkóhólstofnlausn (4.5) og innri staðalstofnlausn (4.6) eru fluttar með rennipípu í röð 25 ml mælikolbna í magni sem er í samræmi við töfluna hér að neðan. Fyllt er að marki með metanóli (4.1) og blandað.

Staðallausn	Bensýlalkóhólstyrkur		4-etoxyfenólstyrkur	
	ml bætt út í (4.5)	μ g/ml(*)	ml bætt út í (4.6)	μ g/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

(*) Þessi gildi eru leiðbeinandi og svara til styrks staðallausna sem tilreiddar eru þar sem lausnir af bensýlalkóhóli (4.5) og 4-etoxyfenól (4.6) eru notaðar og sem innihalda nákvæmlega 0,1% (m/v) af bensýlalkóhóli og nákvæmlega 0,1% (m/v) af 4-etoxyfenól, samsvarandi.

5. *Búnaður*
 - 5.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
 - 5.2. Hágæðavökvaskiljunarbúnaður með útfjólubláu ljósi af mismunandi bylgjulengd og 10 μ l innsprautunarlykkju.
 - 5.3. Greiningarsúla: 250 mm \times 4,6 mm súla úr ryðfríu stáli, fyllt með 5 μ m Spherisorb ODS eða jafngildi þess.

- 5.4. Vatnsbað.
- 5.5. Hljóðbað.
- 5.6. Skilvinda.
- 5.7. 15 ml skilvinduflös.
6. Greiningaraðferð
- 6.1. Sýni tilreitt
- 6.1.1. Um 0,1 g (m gramm) af sýni er nákvæmlega vegið í skilvinduglas (5.7) og 5 ml af metanóli bætt út í (4.1).
- 6.1.2. Hitað er í 10 mínútur í vatnsbaði (5.4) sem haldið er við 50 °C; þá er glasið sett í hljóðbað (5.5) uns sýnið hefur dreifst vel.
- 6.1.3. Lausnin er kæld og síðan undin í skilvindu 3 500 hringi á mínútu í fimm mínútur.
- 6.1.4. Ofanáfljótandi vökvanum er hellt yfir í 25 ml mælikolbu.
- 6.1.5. Sýnið er dregið út á ný með öðrum 5 ml skammti af metanóli (4.1). Útdráttunum er safnað saman í 25 ml mælikolbunni.
- 6.1.6. 2,0 ml af innri staðalstofnlausn (4.6) eru fluttir með rennipípu yfir í 25 ml mælikolbuna. Fyllt er að marki með metanóli (4.1) og blandað. Þessi lausn er notuð við greininguna sem lýst er í 6.4.
- 6.2. Vökvaskiþjun
- 6.2.1. Hágæðavökvaskiljunarbúnaður (5.2) er settur upp á venjubundinn hátt. Rennsli ferðafasans (4.4) er stillt á 2,0 ml á mínútu.
- 6.2.1. Bylgjulengd UV-nemans (5.2) er stillt á 210 nm.
- 6.3. Kvörðun
- 6.3.1. 10 μ l af hverri bensýlalkóhólstaðallausn (4.7) er sprautað inn og toppflatarmál bensýlalkóhóls og 4-etoxýfenóls mælt.
- 6.3.2. Hlutfallið milli toppflatarmáls bensýlalkóhóls og 4-etoxýfenóls er reiknað fyrir hverja bensýlalkóhólstaðallausn (4.7). Staðalkúrfan er teiknuð þar sem þessi hlutföll eru lóðhnit og tilsvareandi styrkur bensýlalkóhóls í μ g á hvern millilítra sem láhnit.
- 6.4. Ákvörðun
- 6.4.1. 10 μ l af sýnislusninni (6.1.6) er sprautað inn og toppflatarmál bensýlalkóhóls og 4-etoxýfenóls mælt. Hlutfallið milli toppflatarmáls bensýlalkóhóls og 4-etoxýfenóls er reiknað. Þessi aðferð er endurtekin með enn öðrum 10 μ l skömmtum af sýnislusninni uns samskonar niðurstöður fást.
- 6.4.2. Styrkur bensýlalkóhóls, sem samsvarar hlutfallinu milli toppflatarmáls bensýlalkóhóls og 4-etoxýfenóls, er lesinn af staðalkúrfunni (6.3.2).
7. Reikningsaðferð
Bensýlalkóhólinnihald sýnisins, sem hundradshluti miðað við massa (% m/m), er reiknað út með jöfnunni:
- $$\%(\text{m/m})\text{bensýlalkóhóls} = \frac{c}{400 \times m}$$
- þar sem:
- m = massi greiningarsýnis (6.1.1) í grömmum;
og
- c = styrkur bensýlalkóhóls í sýnislusninni (6.1.6), í míkrogrömmum í hverjum millilítra, samkvæmt staðalkúrfunni.
8. Tvímælingagildi⁽¹⁾
Ef bensýlalkóhólinnihald er af stærðargráðunni 1% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,10%.

⁽¹⁾ ISO 5725.

AUÐKENNING SIRKÓNÍUMS OG ÁKVÖRDUN SIRKÓNÍUMS, ÁLS OG KLÓRS Í SVITALYKTAREYÐI, ÖÐRUM EN ÚÐAEFNUM

Aðferðin er í fimm hlutum:

- A. Auðkenning sirkóníums
- B. Ákvörðun sirkóníums
- C. Ákvörðun áls
- D. Ákvörðun klórs
- E. Útreikningur hlutfalls milli ál- og sirkóníumatóma og hlutfalls milli ál- og sirkóníumatóma og klóratóma.

A. Auðkenning sirkóníums

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er lýst hvernig sirkóníum í svitalyktareyðandi snyrtivörum er auðkennt, öðrum en úðaeftum. Enn hefur ekki verið reynt að lýsa aðferðum sem henta við að auðkenna álsirkóníumklóríð-hýdroxíðkomplex $[Al_xZr(OH)_yCl_2 \cdot nH_2O]$.
2. *Meginregla*
Sirkóníum þekkt af hinu einkennandi rauð-fjólubláa botnfalli sem myndast ásamt alisárínrauðu S í sterksúru umhverfi.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika
 - 3.1. Óþynnt saltsýra ($d_{20} = 1, 18g/ml$).
 - 3.2. Alisárínrautt S-laun (Cl. 58005): 2% (m/v) natríumalisárínsúlfónat í vatnslaun.
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
5. *Greiningaraðferð*
 - 5.1. 2 ml af vatni er bætt út í um 1 g af sýni í tilraunaglassi. Tappi er settur í og hrist.
 - 5.2. Þremur dropum af alisárínrauðri S-laun (3.2) er bætt út í og þar á eftir 2 ml af óþynntri saltsýru (3.1) Tappi er settur í og hrist.
 - 5.3. Glasið er látið standa í um það bil tvær mínútur.
 - 5.4. Rauð-fjólublá ofanáljótandi laun og botnfall gefa sirkóníum til kynna.

B. Ákvörðun sirkóníums

1. *Umfang og gildissvið*
Þessi aðferð hentar til að ákvarða sirkóníum í álsirkóníumklóríðhýdroxíðkomplexum upp að 7,5% (m/m) hámarksstyrk sirkóníum í svitalyktareyðandi snyrtivörum, öðrum en úðaeftum.
2. *Meginregla*
Sirkóníum er dregið út úr vörunni í súru umhverfi og ákvarðað með atómgleypnimælingu.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
 - 3.1. Óþynnt saltsýra ($d_{20} = 1, 18g/ml$).
 - 3.2. Saltsýrulaun, 10% (v/v): 100 ml af óþynntri saltsýru (3.1) er bætt út í 500 ml af vatni í bikarglassi og hrært af og til. Þessari laun er hellt yfir í eins lítra mælikolbu og fyllt að marki með vatni.
 - 3.3. Sirkóníumstofnstaðallaun, 1 000 $\mu g/ml$ í 0,5 M saltsýrulaun („SpectrosoL“ eða jafngildi þess).

- 3.4. Álklóríð (vatnað) [AlCl₃.6H₂O]: hvarfefni: 22,6 g af álklóríðhexahýdrati eru leyst í 250 ml af 10% (v/v) saltsýrulausn (3.2).
- 3.5. Ammóníumklóríðhvarfefni: 5,0 g af ammóníumklóríði eru leyst í 250 ml af 10% (v/v) saltsýrulausn (3.2).
4. *Búnaður*
- 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
- 4.2. Hitari með segulhrærara.
- 4.3. Síupappír (Whatman nr. 41 eða jafngildi).
- 4.4. Atómgleypnitæki með „sirkóníum-holkatóðulampa“ (hollow-cathode lamp).
5. *Greiningaraðferð*
- 5.1. Sýni tilreitt
- 5.1.1. Um 0,1 g (m gramm) af einsleitu sýni vörunnar er nákvæmlega vegið í 150 ml bikarglas. 40 ml af vatni og 10 ml af óþyntri saltsýru (3.1) er bætt út í.
- 5.1.2. Bikarglasið er sett á hitara með segulhrærara (4.2). Byrjað er að hræra í og hitað að suðu. Úrgler er sett ofan á bikarglasið til að koma í veg fyrir hraða uppgufun. Soðið er í fimm mínútur, bikarglasið fjarlægð af hitaranum og kælt niður í stofuhita.
- 5.1.3. Innihald bikarglassins er síað gegnum síupappírinn (4.3) í 100 ml mælikolbu. Bikarglasið er skolað með tveimur 10 ml vatnsskömmtum og skolvökvinn síaður í kolbuna. Fyllt er að marki með vatni og blandað. Þessi lausn er einnig notuð til að ákvarða ál (C-hluti).
- 5.1.4. 20,00 ml af sýnislusninni (5.1.3), 5,00 ml af álklóríðhvarfefninu (3.4) og 5,00 ml af ammóníumklóríðhvarfefninu (3.5) eru fluttir með rennipípu yfir í 50 ml mælikolbu. Fyllt er að marki með 10% (v/v) saltsýrulausn (3.2) og blandað.
- 5.2. Aðstæður við atómgleypnimælingu
Logi: díkófnunarefnisoxíð/asetýlen,
Bylgjulengd: 360,1 nm,
Bakgrunnsleiðrétting: nei,
Eldsneytisskilyrði: mikið; til að ná hámarksgleypni er nauðsynlegt að stilla kjörhæð brennara og ákvarða kjörskilyrði eldsneytis.
- 5.3. Kvörðun
- 5.3.1. 5,00, 10,00, 15,00, 20,00 og 25,00 ml af sirkóníumstofnstaðallausn (3.3) eru fluttir yfir í röð af 50 ml mælikolbum með rennipípu. 5,00 ml af álklóríðhvarfefninu (3.4) og 5,00 ml af ammóníumklóríðhvarfefninu (3.5) eru settir í hverja kolbu með rennipípu; fyllt er að marki með 10% (v/v) saltsýrulausn (3.2) og blandað. Þessar lausnir innihalda samsvarandi 100, 200, 300, 400 og 500 µg af sirkóníum í hverjum millílitra.
Á sama hátt er útbúin núlllausn þar sem sirkóníumstaðallausninni er sleppt
- 5.3.2. Gleypni núlllausnarinnar (5.3.1) er mæld og það gildi sem fæst notað sem núllstyrkur sirkóníums á staðalkúrfunni. Gleypni hvers sirkóníumstaðals (5.3.1) er mæld. Útbúin er staðalkúrfa þar sem gleypnigildin eru teiknuð sem fall af sirkóníumstyrk.
- 5.4. Ákvörðun
Gleypni sýnislusnarinnar (5.1.4) er mæld. Styrkur sirkóníums sem svarar til þess gleypnigildis er lesinn af staðalkúrfunni.
6. *Reikningsaðferð*
Sirkóníuminnihald sýnisins, sem hundradshluti miðað við massa, er reiknað út með jöfnunni:

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

þar sem:

m = massi greiningarsýnis (5.1.1) í grömmum;
og

c = styrkur sirkóníums í sýnislusninni (5.1.4), í míkrogrömmum í hverjum millílitra, samkvæmt staðalkúrfunni.

7. *Tvímælingagildi*⁽¹⁾
Ef sirkóníuminnihald er af stærðargráðunni 3,00% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,10% (m/m).
8. *Athugasemd*
Heimilt er að nota span-tengd plasma — mælingu á ljósútgeislun í stað logaátómgleypnimælingu.

C. Ákvörðun áls

1. *Umfang og gildissvið*
Þessi aðferð hentar til að ákvarða ál í álsirkóníumklóríðhýdroxíðkomplexum upp að 12% (m/m) hámarksstyrk sirkóníum í svitalyktareyðandi snyrtivörum, öðrum en úðaefnum.
2. *Meginregla*
Ál er dregið út úr vörinni í súru umhverfi og ákvarðað með atómgleypnimælingu.
3. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
 - 3.1. Óþynnt saltsýra ($d_{20} = 1$, 18g/ml).
 - 3.2. Saltsýrulausn, 1% (v/v): 10 ml af óþynntri saltsýru (3.1) er bætt út í 500 ml af vatni í bikarglasi og hrært af og til. Þessari lausn er hellt yfir í eins lítra mælikolbu og fyllt að marki með vatni.
 - 3.3. Álstofnstaðallausn, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ í 0,5 M saltpéturssýrulausn („SpectrosoL“ eða jafngildi þess).
 - 3.4. Kalíumklóríðhvarfefni: 10,0 g af ammóníumklóríði eru leyst í 250 ml af 1% (v/v) saltsýrulausn (3.2).
4. *Búnaður*
 - 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
 - 4.2. Atómgleypnitæki með „ál-holkatódulampa“ (hollow-cathode lamp).
5. *Greiningaraðferð*
 - 5.1. *Sýni tilreitt*
Lausn tilreidd samkvæmt B.5.1.3 er notuð til að ákvarða álinnihald.
 - 5.1.1. 5,00 ml af sýnislausninni (B.5.1.3), og 10,00 ml af kalíumklóríðhvarfefninu (3.4) eru fluttir með rennipípu yfir í 100 ml mælikolbu. Fyllt er að marki með 1% (v/v) saltsýrulausn (3.2) og blandað.
 - 5.2. *Aðstæður við atómgleypnimælingu*
Logi: díkófnunarefnisoxíð/asetýlen,
Bylgjulengd: 309,3 nm,
Bakgrunnsleiðrétting: nei,
Eldsneytisskilyrði: mikið; til að ná hámarksgleypni er nauðsynlegt að stilla kjörhæð brennara og ákvarða kjörskilyrði eldsneytis.
- 5.3. *Kvörðun*
 - 5.3.1. 1,00, 2,00, 3,00, 4,00 og 5,00 ml af álstofnstaðallausn (3.3) eru fluttir yfir í röð af 100 ml mælikolbum með rennipípu. 10,00 ml af kalíumklóríðhvarfefninu (3.4) eru settir í hverja kolbu með rennipípu; fyllt er að marki með 1% (v/v) saltsýrulausn (3.2) og blandað. Þessar lausnir innihalda samsvarandi 10, 20, 30, 40 og 50 μg af áli í hverjum millílíttra.
Á sama hátt er núlllausn tilreidd þar sem álstaðallausninni er sleppt.

- 5.3.2. Gleypni núlllausnarinnar (5.3.1) er mæld og það gildi sem fæst notað sem núllstyrkur áls á staðalkúrfunni. Gleypni hvers álstaðals er mæld. Úbúin er staðalkúrfa þar sem gleypnigildin eru teiknuð sem fall af álstyrk.
- 5.4. **Ákvörðun**
Gleypni sýnislausnarinnar (5.1.1) er mæld. Styrkur áls sem svarar til þess gleypnigildis er lesinn af staðalkúrfunni.
6. **Reikningsaðferð**
Álinnihald sýnisins, sem hundraðshluti miðað við massa, er reiknað út með jöfnunni:

$$\%(m/m)áls = \frac{c}{5 \times m}$$

þar sem:

m = massi greiningarsýnis (B.5.1.1) í grömmum;
og

c = styrkur áls í sýnislausninni (5.1.1), í míkrogrömmum í hverjum millílítra, samkvæmt staðalkúrfunni.

7. **Tvímælingagildi⁽¹⁾**
Ef álinnihald er af stærðargráðunni 3,5% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,10% (m/m).
8. **Athugasemd**
Heimilt er að nota span-tengd plasma — mælingu á ljósútgeislun í stað logaátömgleypnimælingu.

D. Ákvörðun klórs

1. **Umfang og gildissvið**
Þessi aðferð hentar til að ákvarða klór í formi klórjóna í álsirkóníumklóríðhýdroxíðkomplexum í svitalyktareyðandi snyrtivörum, öðrum en úðaefnum.
2. **Meginregla**
Klórjónir í vörunni eru ákvarðaðar með breytiviðnámstítrun á móti silfurnítratstaðallausn.
3. **Hvarfefni**
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 3.1. Óþynnt saltpéturssýra ($d_{20} = 1,42\text{g/ml}$).
- 3.2. Saltpéturssýrulausn, 5% (v/v): 25 ml af óþynntri saltpéturssýru (3.1) er bætt út í 250 ml af vatni í bikarglasi og hrært af og til. Þessari lausn er hellt yfir í 500 ml mælikolbu og fyllt er að marki með vatni.
- 3.3. Aseton
- 3.4. Silfurnítrat, 0,1 M lausn byggð á rúmmálmælingu („AnalaR“ eða jafngildi þess).
4. **Búnaður**
- 4.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
- 4.2. Hitari með segulhræra.
- 4.3. Silfurrafskaut.
- 4.4. Kalómelviðmiðunarrafskaut.
- 4.5. pH/millívoltmælir ætlaður til breytiviðnámstítrunar.

⁽¹⁾ ISO 5725.

5. *Greiningaraðferð*
- 5.1. *Sýni tilreitt*
- 5.1.1. Um 1,0 g (m gramm) af einsleitu sýni vörunnar er nákvæmlega vegið í 250 ml bikarglas. 80 ml af vatni og 20 ml af 5% (v/v) saltpéturssýrulausn (3.2) er bætt út í.
- 5.1.2. Bikarglasið er sett á hitara með segulhræra (4.2). Byrjað er að hræra í og hitað að suðu. Úrgler er sett ofan á bikarglasið til að koma í veg fyrir hraða uppgufun. Soðið er í fimm mínútur, bikarglasið fjarlægð af hitaranum og kælt niður í stofuhita.
- 5.1.3. 10 ml af asetoni (3.3) er bætt út í, rafskautunum (4.3 og 4.4) er dýpt í lausnina og byrjað að hræra. Breytviðnámstúrun fer fram með 0,1 M silfurnítratstaðallausn (3.4) og tírunarferill dreginn til að ákvarða endapunktinn (V ml).
6. *Reikningsaðferð*
Klórinnihald sýnisins, sem hundraðshluti miðað við massa, er reiknað út með jöfnunni:

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

þar sem:

m = massi greiningarsýnis (5.1.1) í grömmum;
og

v = rúmmál 0,1 M silfurnítrats, í millílítrum, títrað við endapunktinn (5.1.3)

7. *Tvímælingagildi*⁽¹⁾
Ef klórinnihald er af stærðargráðunni 4% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,10% (m/m).

E. Útreikningur hlutfalls milli ál- og sirkóníumatóma og hlutfalls milli ál- og sirkóníumatóma og klóratóma

1. *Útreikningur hlutfalls milli ál- og sirkóníumatóma*
Hlutfallið Al : Zr er reiknað með jöfnunni:

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

2. *Útreikningur hlutfalls milli ál- og sirkóníumatóma og klóratóma*
Hlutfallið (Al + Zr) : Cl er reiknað með jöfnunni:

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

AUÐKENNING OG ÁKVÖRDUN HEXAMIDÍNS, DÍBRÓMHXAMIDÍNS, DÍBRÓMPRÓPAMIDÍNS OG KLÓRHEXIDÍNS

1. *Umfang og gildissvið*
Í þessari aðferð er lýst ákvörðun samsetningar og magns:
— hexadín og salta þess, þar með talið íseþíónat og 4-hýdroxybensóat,
— díbrómhexamidín og salta þess, þar með talið íseþíónat,
— díbrómprópamidín og salta þess, þar með talið íseþíónat,
— klórhexidíndíasetat, díglúkónat og díhýdróklóríð í snyrtivörum.
2. *Skilgreining*
Styrkur hexamidíns, díbrómhexamidíns, díbrómprópamidíns og klórhexidíns sem ákvarðaður er samkvæmt þessari aðferð er gefinn upp sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m).
3. *Meginregla*
Auðkenning og ákvörðun fara fram með jónaparshágæðavöskviljun (HPLC) með andhverfum fasa og síðan UV-rófsljósgreiningu. Hexamidín, díbrómhexamidín, díbrómprópamidín og klórhexidín eru auðkennd með því að kanna rástíma þeirra.

⁽¹⁾ ISO 5725.

4. *Hvarfefni*
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og hæfa hágæðavökvaskiljun (HPLC), þar sem það á við.
- 4.1. Metanól.
- 4.2. 1-heptasúlfónsýra, natríumsalt, mónóhýdrat.
- 4.3. Ísedik ($d_{20} = 1,05\text{g/ml}$).
- 4.4. Natríumklóríð.
- 4.5. Ferðafasar
- 4.5.1. Leysir I: 0,005 M 1-heptasúlfónsýrulausn, natríumsalt, mónóhýdrat (4.2) í metanóli (4.1), stillt með ísediki (4.3) á sýnilegt pH-gildi 3,5.
- 4.5.2. Leysir II: 0,005 M 1-heptasúlfónsýrulausn, natríumsalt, mónóhýdrat (4.2) í vatni, stillt með ísediki (4.3) á pH-gildi 3,5.
- Ath.* Til að bæta lögun toppanna er heimilt, ef nauðsyn krefur, að breyta ferðafösunum og tilreiða á eftirfarandi hátt:
- leysir I: 5,84 g af natríumklóríði (4.4) og 1,1013 g af 1-heptasúlfónsýrulausn, natríumsalti, mónóhýdrati (4.2) eru leyst í 100 ml af vatni. 900 ml af metanóli (4.1) er bætt út í og stillt með ísediki (4.3) á sýnilegt pH-gildi 3,5,
- leysir II: 5,84 g af natríumklóríði (4.4) og 1,1013 g af 1-heptasúlfónsýrulausn, natríumsalti, mónóhýdrati (4.2) í eru leyst í einum lítra af vatni og stillt með ísediki (4.3) á pH-gildi 3,5.
- 4.6. Hexamidíndíseþíónat [$\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_4\text{S}$]
- 4.7. Díbrómhexamidín [$\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_4\text{S}$]
- 4.8. Díbrómprópamidín [$\text{C}_{17}\text{H}_{30}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_4\text{S}$]
- 4.9. Klórhexidíndíasetat [$\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{N}_{10}\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$]
- 4.10. Samanburðarlausnir: 0,05% (m/v) lausnir eru tilreiddar af hverju hinna fjögurra rotvarnarefna (4.6 til 4.9) í leysi I (4.5.1).
- 4.11. 3,4,4'-tríklórkarbanilíd (tríklórkarban).
- 4.12. 4,4'-díklór-3-(tríflúormetýl)karbanilíd (halókarban).
5. *Búnaður*
- 5.1. Venjulegur tækjabúnaður rannsóknarstofu.
- 5.2. Hágæðavökvaskiljunarbúnaður með nema með útfjólubláu ljósi af mismunandi bylgjulengd.
- 5.3. Greiningarsúla: úr ryðfríu stáli, 30 cm á lengd, innra þvermál 4 mm, fyllt með μ -Bondapack C_{18} 10 μm eða jafngildi þess.
- 5.4. Hljóðbað.
6. *Auðkenning*
- 6.1. *Sýni tilreitt*
Um 0,5 g af sýni eru vegin í 10 ml mælikolbu og fyllt að marki með leysi I (4.5.1). Kolban er sett í hljóðbað (5.4) í 10 mínútur. Lausnin er síuð eða sett í skilvindu. Síuvökvunum eða ofanáfljótandi vökvunum er safnað fyrir vökvaskiljun.
- 6.2. *Vökvaskiljun*
- 6.2.1. *Stigull ferðafasans*

Tími(mín.)	leysir I(% v/v) (4.5.1)	leysir I(% v/v) (4.5.2)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

- 6.2.2. Rennsli ferðafasans (6.2.1) er stillt á 1,5 ml á mínútu og hitastig súlunnar á 35 °C.
- 6.2.3. Bylgjulengd nemans er stillt á 264 nm.
- 6.2.4. 10 µl af hverri samanburðarlausn (4.10) er sprautað inn og gröf þeirra túlkuð.
- 6.2.5. 10 µl af sýnislausninni (6.1) er sprautað inn og graf hennar túlkað.
- 6.3. Staðfest er hvort hexamidín, díbrómhexamidín, díbrómprópamidín eða klórhexidín séu til staðar með því að bera rástíma toppsins eða toppanna sem skráðir eru samkvæmt 6.2.5 saman við þá sem fást með samanburðarlausnunum í 6.2.4.

7. Ákvörðun

7.1. Ákvörðun

Staðallausnir tilreiddar.

Eitt af rotvarnarefnum (4.6 til 4.9) sem ekki er í sýninu er notað sem innri staðall. Sé það ógerlegt er heimilt að nota tríklókarban (4.11) eða halókarban (4.12).

- 7.1.1. 0,05% (m/v) stofnlausn í leysi I (4.5.1) af rotvarnarefninu sem staðfest var samkvæmt 6.3.
- 7.1.2. 0,05% (m/v) stofnlausn í leysi I (4.5.1) af rotvarnarefninu sem valið er sem innri staðall.
- 7.1.3. Fyrir hvert rotvarnarefni sem staðfest hefur verið eru tilreiddar fjórar staðallausnir með því að flytja skammta af stofnlausn þess rotvarnarefnis (7.1.1) og hæfilega skammta af stofnlausn innri staðalsins (7.1.2) yfir í röð af 10 ml mælikolbum samkvæmt töflunni hér að neðan. Fyllt er að marki í hverri kolbu með leysi I (4.5.1) og blandað.

Staðallausn	Innri staðalstofnlausn	Stofnlausn staðfests rotvarnarefnis	
	ml bætt út (7.1.2)	ml bætt út í (7.1.2)	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

(*) Þessi gildi eru leiðbeinandi og svara til styrks staðfests rotvarnarefnis í staðallausnum sem tilreiddar eru þar sem notuð er stofnlausn sem inniheldur nákvæmlega 0,05% þess.

7.2. Sýni tilreitt

- 7.2.1. Um 0,5 g (p grömm) af sýni er nákvæmlega vegið í 10 ml mælikolbu, 1,0 ml af innri staðallausn (7.1.2) er bætt út í og 6 ml af leysi I (4.5.1) og blandað.
- 7.2.2. Kolban er sett í hljóðbað (5.4) í 10 mínútur og síðan kæld. Fyllt er að marki með leysi I og blandað. Undið er í skilvindu eða síað gegnum felldan síupappír. Ofanáfljótandi vökvanum eða súvökvanum, eftir atvikum, er safnað fyrir vökvaskiljun.

7.3. Vökvaskiljun

- 7.3.1. Stigull ferðafasans, streymi, hitastig súlu og bylgjulengd nema hágæðavökvaskiljunarbúnaðsins (HPLC) (5.2) er stillt miðað við þær aðstæður sem krafist er þegar viðkomandi efni er auðkennt (6.2.1 til 6.2.3).
- 7.3.2. 10 µl af sýnislausninni (7.2.2) er sprautað inn og toppflatarmálið mælt. Þetta er endurtekið með frekari 10 µl skömmtum af sýnislausninni uns niðurstöður eru í samræmi. Hlutfallið milli þess toppflatarmáls efnisins sem greina á og toppflatarmáls innri staðalsins er reiknað út.

7.4. Kvörðun

- 7.4.1. 10 µl af hverri staðallausn (7.1.3) er sprautað inn og toppflatarmálið mælt.
- 7.4.2. Hlutfallið milli toppflatarmáls hexamidín, díbrómhexamidín, díbrómprópamidín eða klórhexidín og toppflatarmáls innri staðalsins er reiknað út fyrir hverja staðallausn (7.1.3). Staðalkúrfan er teiknuð þar sem þessi hlutföll eru lóðhnit og tilsvareandi styrkur rotvarnarefnisins sem staðfest hefur verið í staðallausninni, µg í millilítra, sem láhnit.
- 7.4.3. Styrkur rotvarnarefnisins sem staðfest hefur verið og svarar til þess hlutfalls toppflatarmáls sem reiknað er samkvæmt 7.3.2 er lesinn af staðalkúrfunni (7.4.2).

8. *Reikningsaðferð*
- 8.1. Innihald hexamidín, díbrómhexamidín, díbrómprópamidín eða klórhexidín í sýninu er reiknað út sem hundraðshluti miðað við massa með jöfnunni:

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

þar sem:

p = massi greiningarsýnis (7.2.1) í grömmum;

c = styrkur rotvarnarefnisins í sýnislausninni, í míkrogrömmum í hverjum lítra, samkvæmt staðalkúrfunni;

MW_1 = mólmassi grunnforms viðkomandi rotvarnarefnis;
og

MW_2 = mólmassi viðkomandi salts (sjá 10. lið).

9. *Tvímælingagildi⁽¹⁾*
Ef styrkur hexamidíns, díbrómhexamidíns, díbrómprópamidíns eða klórhexidíns er af stærðargráðunni 0,1% (m/m) skal munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en 0,005% (m/m).
10. *Tafla sem sýnir mólmassa*

Hexamidín	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Hexamidíndífíseþíónat	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	606,72
Hexamidíndí-p-hýdroxýbensóat	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_7H_6O_3$	630,71
Díbrómhexamidín	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Díbrómhexamidíndífíseþíónat	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	764,51
Díbrómprópamidín	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$	470,18
Díbrómprópamidíndífíseþíónat	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	722,43
Klórhexidín	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$	505,45
Klórhexidíndíasetat	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$	625,56
Klórhexidíndíglúkónat	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_{12}O_7$	897,76
Klórhexidíndíhydróklóríð	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$	578,37

⁽¹⁾ ISO 5725.