

31982L0434

1982.6.30.

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

L 185/1

A BIZOTTSÁG MÁSODIK IRÁNYELVE**(1982. május 14.)****a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről**

(82/434/EGK)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

történő mennyiségi meghatározásának és a metanol etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatott mennyiségi meghatározásának a módszer-meghatározások közé történő felvételéből áll;

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

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

tekintettel a 79/661/EGK irányelvvel ⁽¹⁾ módosított, a kozmetikai termékekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1976. július 27-i 76/768/EGK tanácsi irányelvre ⁽²⁾ és különösen annak 8. cikke (1) bekezdésére,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

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

A tagállamok megtesznek minden szükséges intézkedést, hogy a kozmetikai termékek hivatalos vizsgálata során:

- az oxidálószer azonosítása és a hidrogén-peroxid hajápolási termékekben történő mennyiségi meghatározása,
- bizonyos oxidáló színezékek hajfestékekben történő azonosítása és félkvantitatív meghatározása,
- nitrit azonosítása és mennyiségi meghatározása,

mivel minden szükséges vizsgálati módszert a lehető leggyorsabban meg kell határozni; mivel e cél elérése érdekében az első lépés már megvalósult, bizonyos módszereknek a 80/1335/EGK ⁽³⁾ bizottsági irányelvben történt meghatározásával, a második lépés néhány oxidálószer azonosításának és a hidrogén-peroxid kozmetikai hajápolási termékekben történő mennyiségi meghatározásának, bizonyos oxidáló színezékek hajfestékekben történő azonosításának és félkvantitatív meghatározásának, a nitrit azonosításának és mennyiségi meghatározásának, a szabad formaldehid azonosításának és mennyiségi meghatározásának, a rezorcin samponokban és hajszeszekben

- a szabad formaldehid azonosítása és mennyiségi meghatározása,

⁽¹⁾ HL L 192., 1979.7.31., 35. o.

⁽²⁾ HL L 262., 1976.9.27., 169. o.

⁽³⁾ HL L 383., 1980.12.31., 27. o.

- a rezorcin samponokban és hajszeszekben történő mennyiségi meghatározása,
 - a metanol mennyiségi meghatározása etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatva
- a mellékletben leírt módszereknek megfelelően történjék.

2. cikk

A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1983. december 31-ig megfeleljenek.

Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1982. május 14-én.

a Bizottság részéről

Karl-Heinz NARJES

a Bizottság tagja

MELLÉKLET

I. OXIDÁLÓSZEREK AZONOSÍTÁSA ÉS HIDROGÉN-PEROXID MEGHATÁROZÁSA HAJÁPOLÁSI TERMÉKEKBEN

CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

A hidrogén-peroxid jodometriás meghatározása kozmetikumokban csak abban az esetben végezhető el, ha azok nem tartalmaznak a jodidokat jóddá redukáló más oxidálószeret. A hidrogén-peroxid jodometriás mennyiségi meghatározását ezért meg kell előznie a mintában előforduló egyéb oxidálószerek kimutatásának és azonosításának. Az azonosítás két szakaszból áll: az első a perszulfátokra, a bromátokra és a hidrogén-peroxidra, a második pedig a bárium-peroxidra vonatkozik.

A. PERSZULFÁTOK, BROMÁTOK ÉS HIDROGÉN-PEROXID AZONOSÍTÁSA

1. ALAPELV

A nátrium-perszulfátot, kálium-perszulfátot és ammónium-perszulfátot, valamint a kálium-bromátot, nátrium-bromátot és a hidrogén-peroxidot – függetlenül attól, hogy utóbbi bárium-peroxidból származik vagy sem – leszálló papírkromatográfiával azonosítjuk, amelynek során két előhívó oldószert használunk.

2. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

2.1. A következő vegyületek 0,5 %-os (m/V) vizes referenciaoldata:

2.1.1. Nátrium-perszulfát

2.1.2. Kálium-perszulfát

2.1.3. Ammónium-perszulfát

2.1.4. Kálium-bromát

2.1.5. Nátrium-bromát

2.1.6. Hidrogén-peroxid

2.2. Előhívó oldószér A, 80 %-os (v/v) etanol

2.3. Előhívó oldószér B, benzol – metanol – 3-metil-bután-1-ol – víz (34:38:18:10 térfogatarányban)

2.4. Detektor A, kálium-jodid 10 %-os (m/V) vizes oldata

2.5. Detektor B, keményítő 1 %-os (m/V) vizes oldata

2.6. Detektor C, 10 %-os sósav (m/m)

2.7. 4N sósav

3. ESZKÖZÖK

3.1. Kromatográfiás papír (Whatman-papír 3. és 4., vagy ezekkel egyenértékű)

3.2. 1 µl-es mikropipetta

3.3. 100 ml-es mérőlombik

3.4. Redős szűrő

3.5. Leszálló papírkromatográfia eszközei

4. MINTAELŐKÉSZÍTÉS

4.1. **Vízben oldódó termékek**

Minden mintából két oldatot készítsünk 1, illetve 5 g termék 100 ml vízben történő feloldásával. Az 5. szakaszban leírt papír-kromatográfia végrehajtásához az oldatok mindegyikéből 1 µl-t használjunk.

4.2. **Vízben korlátozottan oldódó termékek**

4.2.1. Mérjünk be külön-külön 1 g és 5 g terméket, szuszpendáljuk 50 ml vízben, egészítsük ki 100 ml-re vízzel mindkettőt, és keverjük össze a mintákat. Szűrjük le a szuszpenziókat redős szűrőn (3.4.), és az 5. szakaszban leírt papír-kromatográfia végrehajtásához a szűrletek mindegyikéből 1 µl-t használjunk.

4.2.2. Szuszpendáljuk újra az 1 g és 5 g terméket 50 ml vízben, savanyítsuk meg híg sósavval (2.7.), egészítsük ki vízzel 100 ml-re, és keverjük össze. Szűrjük le a szuszpenziókat redős szűrőn (3.4.), és az 5. pontban leírt papír-kromatográfia végrehajtásához a szűrletek mindegyikéből 1 µl-t használjunk.

4.3. **Krémek**

Szuszpendáljunk termékenként 5 g-ot és 20 g-ot 100 ml vízben, és ezeket a szuszpenziókat használjuk az 5. szakaszban leírt papír-kromatográfia végrehajtásához.

5. ELJÁRÁS

5.1. A leszálló papírkromatográfia végrehajtásához tegyünk megfelelő mennyiségű A (2.2.) és B (2.3.) oldószert egy-egy kromatográfiás kádba. Legalább 24 órán át telítsük a kromatográfiás kádat oldószergőzőkkel.

5.2. Vigyünk fel 1-1 µl-t a 4. és 2.1. pontnak megfelelően előkészített minta- és referenciaoldatokból egy 40 cm hosszúságú és 20 cm szélességű vagy más megfelelő méretű kromatográfiás papírcsík (3.1.) (Whatman-3 vagy ezzel egyenértékű) kiindulási pontjaira, majd párologtassuk el az oldószert levegőn.

5.3. Helyezzük a kromatográfiás (5.2.) papírcsíkot az A előhívó oldószert (5.1.) tartalmazó kromatográfiás kádba, és addig fejlesszük, amíg az oldószerfront az alapvonaltól 35 cm-re távolodik (körülbelül 15 óra).

5.4. Ismételjük az 5.2. és 5.3. pontban leírt eljárást (Whatman-4 vagy ezzel egyenértékű) kromatográfiás papírral (3.1.) a B előhívó oldószertben. Kromatografáljuk, amíg az oldószerfront 35 cm-re távolodik az alapvonaltól (körülbelül 5 óra).

5.5. A előhívás után vegyük ki a kádból a kromatográf-papírcsíkokat, és szárítsuk meg levegőn.

5.6. A foltok előhívásához fűjünk le a kromatogramot sorrendben:

5.6.1. az A detektorral (2.4.), majd rövid idő múlva a B (2.5.) detektorral. Először a perszulfátok foltjai jelennek meg a kromatogramon, amelyeket a hidrogén-peroxid-foltok követnek. Jelöljük meg a foltok helyét ceruzával;

5.6.2. az 5.6.1. pont szerint kapott kromatogramokat a C detektorral (2.6.); a bromátok szürkés-kék folttal jelennek meg a kromatogramon.

5.7. Az A (2.2.) és B (2.3.) előhívó oldószerekre vonatkozó, fent említett körülmények között az referenciaanyagok (2.1.) R_f-értékei hozzávetőlegesen a következők:

	<i>előhívó oldószert A (2.2.)</i>	<i>előhívó oldószert B (2.3.)</i>
Nátrium-perszulfát	0,40	0,10
Kálium-perszulfát	0,40	0,02 + 0,05
Ammónium-perszulfát	0,50	0,10 + 0,20
Nátrium-bromát	0,40	0,20
Kálium-bromát	0,40	0,10 + 0,20
Hidrogén-peroxid	0,80	0,80

B. BÁRIUM-PEROXID AZONOSÍTÁSA

1. ALAPELV

A bárium-peroxidot az (A.4.2.) minta savanyítása után keletkező hidrogén-peroxid segítségével és a báriumion jelenlétének kimutatásával azonosítjuk:

- ha (A) perszulfátok nincsenek jelen, híg kénsavnak a savas mintaoldat (B.4.1.) egy részéhez történő hozzáadása esetén, aminek eredményeként fehér bárium-szulfát-csapadék képződik. A báriumion jelenlétét a (B.4.1.) mintában, ebben az esetben is papírkromatográfiával igazoljuk az alábbi, 5. pontban leírt módon,
- ha a mintában egyidejűleg található bárium-peroxid és (B.4.2.) perszulfátok, a (B.4.2.) oldhatatlan maradék lúgos feltárásával és sósavban történő oldás után a bárium-ionok jelenlétét a (B.4.2.3.) olvadék oldatában papír kromatográfiával és/vagy a bárium-szulfát lecsapásával igazoljuk.

2. REAGENSEK

2.1. Metanol

2.2. 36 %-os (m/m) tömény sósav

2.3. 6N sósav

2.4. 4N kénsav

2.5. Rodizonsav-dinátrium só

2.6. Bárium-klorid ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

2.7. Vízmentes nátrium-karbonát

2.8. Bárium-klorid 1 %-os (m/V) vizes oldata

2.9. Előhívó oldószer, amely metanolt, tömény sósavat (koncentráció 36 %) és vizet tartalmaz (80:10:10 térfogatarányban)

2.10. Detektor, rodizonsav dinátriumsójának 0,1 %-os (m/V) vizes oldata, amelyet felhasználás előtt frissen kell készíteni.

3. ESZKÖZÖK

3.1. 5 µl-es mikropipetta

3.2. Platinatégely

3.3. 100 ml-es mérőlombik

3.4. Schleicher és Schull 2043 b vagy ezzel egyenértékű kromatográfiás papír. Helyezzük a papírt egy éjszakán keresztül a (B.2.9.) előhívó oldószert tartalmazó (A.3.5.) leszálló kromatográfiás kádba, majd szárítsuk meg.

3.5. Redős szűrő

3.6. Felszálló papírkromatográfia szokásos eszközei

4. MINTA-ELŐKÉSZÍTÉS

4.1. **Perszulfátokat nem tartalmazó termékek**

4.1.1. Szuszpendáljunk 2 g terméket 50 ml vízben, és sósavval (B.2.3.) állítsuk be a pH-ját 1 körüli értékre.

4.1.2. Mossuk át a szuszpenziót vízzel egy 100 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig, és keverjük össze. Ezt a szuszpenziót használjuk az 5. pontban leírt papírkromatográfiás vizsgálat és a bárium-szulfát-csapadék kicsapódásán alapuló azonosítás során.

4.2. Perszulfátokat tartalmazó termékek

4.2.1. Szuszpendáljunk 2 g terméket 100 ml vízben, és szűrjük le.

4.2.2. Adjuk a szárított maradékhoz tömege hét-tízszeresének megfelelő mennyiségű nátrium-karbonátot (B.2.7.), keverjük össze, és olvasszuk a keveréket egy platinatégelyben (B.3.2.) fél órán keresztül.

4.2.3. Hűtsük le az oldadékot szoba-hőmérsékletűre, oldjuk fel 50 ml vízben, és szűrjük le (B.3.5.).

4.2.4. Oldjuk fel az oldadékból származó maradékot sósavban (B.2.3.), töltsük föl 100 ml-re vízzel. Ezt a szuszpenziót használjuk az 5. pontban leírt papírkromatográfiás vizsgálat és a bárium-szulfát-csapadék lecsapódásán alapuló azonosítás során.

5. ELJÁRÁS

5.1. Tegyük megfelelő mennyiségű előhívó oldószert (B.2.9.) egy felszálló papírkromatográfiás kádba, és telítsük a kádat legalább 15 órán keresztül.

5.2. A B.3.4. pontban leírt módon előkészített kromatográfiás papírra három kiindulási pontban vigyünk fel 5-5 µl-t a B.4.1.2. és a B.4.2.4. pontnak megfelelően előkészített oldatokból és a B.2.8. pont szerinti referenciaoldatból.

5.3. Szárítsuk meg a minta- és referenciafoltokat levegőn. A kromatogram előhívását addig folytassuk, amíg az oldószerszél a függőleges irányban 30 cm magassáig emelkedik.

5.4. Vegyük ki a kromatogramokat a kádból, és szárítsuk meg levegőn.

5.5. A foltok előhívása céljából fújjuk le a papírt a B.2.10. előhívó szerrel. Bárium jelenlétében, körülbelül 0,10 Rf-értéknél a kromatogramon piros foltok jelennek meg.

C. HIDROGÉN-PEROXID MEGHATÁROZÁSA

1. ALAPELV

A hidrogén-peroxid jodometriás meghatározása a következő reakción alapszik:



Az átalakulás lassú folyamat, de ammónium-molibdát hozzáadásával gyorsítható. A képződő jód nátrium-tioszulfátos titrálással meghatározható, és lehetővé teszi a hidrogén-peroxid-tartalom meghatározását.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

Az alábbi módon mért hidrogén-peroxid-tartalmat a termék tömegére vonatkoztatva tömegszázalékban (% m/m) fejezzük ki.

3. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. 2N kénsav

3.2. Kálium-jodid

3.3. Ammónium-molibdát

3.4. 0,1 N nátrium-tioszulfát

- 3.5. 10 %-os (m/V) kálium-jodid-oldat, közvetlenül felhasználás előtt kell készíteni
- 3.6. 20 %-os (m/V) ammónium-molibdát-oldat
- 3.7. 1 %-os (m/V) keményítődoldat
4. ESZKÖZÖK ÉS FELSZERELÉSEK
- 4.1. 100 ml-es főzőpohár
- 4.2. 50 ml-es büretta
- 4.3. 250 ml-es mérőlombik
- 4.4. 25 ml-es és 100 ml-es mérőhenger
- 4.5. 10 ml-es egyjelű pipetta
- 4.6. 250 ml-es Erlenmeyer-lombik
5. ELJÁRÁS
- 5.1. Mérjünk be 10 g (m), körülbelül 0,6 g hidrogén-peroxidot tartalmazó terméket egy 100 ml-es főzőpohárba. Egy kis vízzel mossuk a főzőpohár tartalmát egy 250 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig vízzel, és keverjük össze.
- 5.2. Pipetázzuk az (5.1.) mintaoldat 10 ml-ét egy 250 ml-es mérőlombikba (4.6.), és adjunk hozzá 100 ml 2 N kénsavat (3.1.), 20 ml kálium-jodid (3.5.) -oldatot és három csepp ammónium-molibdát (3.6.) -oldatot.
- 5.3. Titráljuk azonnal a keletkező jódot (3.4.) 0,1 N nátrium-tioszulfát-oldattal, közvetlenül a végpont előtt indikátorként adjunk hozzá néhány csepp keményítő (3.7.) -oldatot. Jegyezzük fel a 0,1 N nátrium-tioszulfát (3.4.) fogyását milliliterben (V).
- 5.4. Az 5.2. és 5.3. szakaszokban leírt módon végezzünk vakpróbát, a 10 ml mintaoldat helyett használjunk 10 ml vizet. Jegyezzük fel a 0,1 N nátrium-tioszulfát fogyását a vak meghatározásban (V₀ ml).
6. SZÁMÍTÁS

Számítsuk ki a hidrogén-peroxid-tartalmat tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\begin{aligned} \% \text{ hidrogén-peroxid} &= \frac{(V - V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1\,000} \\ &= \frac{(V - V_0) \times 4,252}{m}, \end{aligned}$$

ahol:

m = a vizsgált termék mennyisége (5.1.),

V₀ = a 0,1 N tioszulfát fogyása a vakpróbában (5.4.) milliliterben,

V = a 0,1 N tioszulfát fogyása a mintaoldat titrálása (5.3.) során, milliliterben.

7. MEGISMÉTELHETŐSÉG (*)

A termék 6 % (m/m) körüli hidrogén-peroxid-tartalma esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értékben nem haladhatja meg a 0,2 %-ot.

(*) ISO 5725 szabvány szerint.

II. HAJFESTÉKEKBEN ELŐFORULÓ BIZONYOS OXIDÁLÓ SZÍNEZÉKEK AZONOSÍTÁSA ÉS FÉLKVANTITATÍV MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer alkalmas a következő anyagok azonosítására és félkvantitatív meghatározására krém vagy folyadék típusú hajfestékekben:

Anyag megnevezése	Rövidítés
<i>Fenilén-diaminok</i>	
o-fenilén-diamin	(OPD)
m-fenilén-diamin	(MPD)
p-fenilén-diamin (V. melléklet)	(PPD)
<i>Metil-fenilén-diaminok</i>	
4-metil-1,2-fenilén-diamin (toluol-3,4-diamin)	(OTD)
4-metil-1,3-fenilén-diamin (toluol-2,4-diamin)	(MTD)
2-metil-1,4-fenilén-diamin (toluol-2,5-diamin)	(PTD)
<i>Diamino-fenolok</i>	
2,4-diamino-fenol	(DAP)
<i>Hidrokinon</i>	
1,4-benzéndiol	(H)
α -naftol	(α -N)
<i>Pirogallol</i>	
1,2,3-trihidroxi-benzol	(P)
<i>Rezorcín</i>	
1,3-dihidroxi-benzol	(R)

2. ALAPELV

Az oxidáló színezékeket a krém vagy folyadék típusú hajfestékekből pH 10-en 96 %-os etanollal kivonjuk, és egy- vagy kétdimenziós vékonyréteg-kromatográfiával azonosítjuk.

Az anyagok félkvantitatív meghatározása úgy történik, hogy a minták négy különböző előhívó rendszerben kapott kromatogramját összehasonlítjuk a hasonló körülmények között, velük egyidejűleg készített referenciaanyagok kromatogramjával.

3. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Vízmentes etanol

3.2. Aceton

3.3. 96 %-os etanol, v/v

3.4. 25 %-os ammóniaoldat ($d_4^{20} = 0,91$)

- 3.5. L(+)-aszorbinsav
- 3.6. Kloroform
- 3.7. Ciklohexán
- 3.8. Technikai minőségű nitrogén
- 3.9. Toluol
- 3.10. Benzol
- 3.11. n-butanol
- 3.12. Bután-2-ol
- 3.13. 50 %-os (v/v) hipofosforos savoldat
- 3.14. Diazo reagens. Vagy:
- 3-nitro-1-benzodiazónium-klórbenzol-szulfonát, (stabilizált só forma), mint a Red 2 JN – Francolor, vagy azzal egyenértékű,
 - 2-klór-4-nitro-1-benzodiazónium-naftalin-benzoát, (stabilizált só forma), mint az NNCD reagensben – hivatkozási szám 74 150 FLUKA,
- vagy azzal egyenértékű.
- 3.15. Ezüst-nitrát
- 3.16. p-dimetil-amino-benzaldehid
- 3.17. 2,5-dimetil-fenol
- 3.18. Vas-klorid-hexahidrát
- 3.19. 10 %-os (m/v) sósavoldat
- 3.20. **Referenciaanyagok**

A referenciaanyagok felsorolását az I. cím alatt a „Cél és alkalmazási terület” tartalmazza. Amin-vegyületek esetében a referenciaanyag kizárólag hidroklorid forma (mono- vagy di-) vagy a szabad bázis.

3.21. **0,5 %-os (m/V) referenciaoldatok**

Készítsük el a 3.20. pontban hivatkozott referenciaanyagok 0,5 %-os (m/v) oldatát.

Mérjünk be 50 mg \pm 1 mg referenciaanyagot egy 10 ml-es mérőlombikba.

Adjunk hozzá 5 ml 96 %-os etanolt (3.3.) és 250 mg aszorbinsavat (3.5.).

Lúgosítsuk az oldatot ammóniaoldat (3.4.) hozzáadásával, hogy a pH 10 körüli értéken legyen (ellenőrizzük indikátorpapírral).

Töltsük 10 ml-ig a lombikot 96 %-os (3.3.) etanollal, és keverjük össze.

Az oldatok fénytől védve hűvös helyen egy hétig eltarthatók.

Előfordulhat, hogy az aszorbinsav és az ammónia hozzáadása után csapadék képződik. Ilyenkor hagyjuk kiülepedni a csapadékot, és csak ezután folytassuk az eljárást.

3.22. **Előhívó oldószer**

- 3.22.1. Aceton – kloroform – toluol (35:25:40 térfogatarányban)
- 3.22.2. Kloroform – ciklohexán–abszolút etanol – 25 %-os ammónia (80:10:10:1 térfogatarányban)
- 3.22.3. Benzol – bután-2-ol – víz (50:25:25 térfogatarányban). Rázzuk össze erőteljesen a keveréket, és szobahőmérsékleten (20–25 °C) történő elválasztás után a felső fázist használjuk.
- 3.22.4. n-butanol – kloroform – M reagens (7:70:23 térfogatarányban). Óvatosan válasszuk el szobahőmérsékleten (20–25 °C), és használjuk az alsó fázist.

Az M reagens készítése

25 %-os (v/v) ammóniaoldat,	24 térfogat
50 %-os hipofosforos savoldat (3.13.)	1 térfogat
Víz	75 térfogat

Megjegyzés

Az ammóniát tartalmazó előhívó oldószereket közvetlenül használat előtt alaposan fel kell rázni.

3.23. Indikátor spray-k3.23.1. *Diazo reagens*

Készítsük el a kiválasztott reagens (3.14.) 5 %-os (m/v) vizes oldatát. Ezt az oldatot közvetlenül használat előtt kell készíteni.

3.23.2. *Ehrlich-reagens*

Oldjunk fel 2 g (3.16.) p-dimetilamino-benzaldehidet 100 ml (3.19.) sósav 10 %-os (m/v) vizes oldatában.

3.23.3. *2,5-dimetil-fenol – vas-klorid-hexahidrát*

1. *oldat*: Oldjunk fel 1 g dimetil-fenolt (3.17.) 100 ml 96 %-os etanolban (3.3.).

2. *oldat*: Oldjunk fel 4 g vas-klorid-hexahidrátot (3.18.) 100 ml 96 %-os etanolban (3.3.).

Az előhíváskor ezeket az oldatokat külön kell alkalmazni, előbb az 1. oldatot, majd a 2.-at.

3.23.4. *Ammóniás ezüst-nitrát*

Adjunk annyi 25 %-os ammóniát (3.4.) ezüst-nitrát (3.15.) 5 %-os (m/v) vizes oldatához, hogy a csapadék éppen föloldódjon. A reagenst közvetlenül felhasználás előtt kell készíteni.

Nem tárolható.

4. ESZKÖZÖK

4.1. A vékonyréteg-kromatográfia szokásos laboratóriumi eszközei.

4.1.1. Műanyag vagy üvegfedél, amelynek kialakítása olyan, hogy a foltok felvitele és szárítása alatt a kromatográfiás lap környezetében nitrogénatmoszférát lehet létrehozni. Az óvintézkedésre bizonyos színezékek erős oxidációs hajlama miatt van szükség.

4.1.2. 10 µl-es, 0,2 µl-es beosztású mikrofecskendő négyzetes tűvel, vagy még jobb egy befogóállványon rögzített, 50 µl-es ismétlődő adagoló, amely úgy van felszerelve, hogy a lapot nitrogén alatt lehessen tartani.

4.1.3. 0,25 mm vastag, 20x20 cm-es, azonnal használható, szilikagél vékonyréteg-lapok (műanyag hordozós Macherey and Nagel, Silica G-HR, vagy ezekkel egyenértékű).

4.2. 4 000 ford/perc fordulatszámú centrifuga.

4.3. 10 ml-es, PTFE bevonatú menetes kupakkal rendelkező centrifugacsövek vagy ezekkel egyenértékű csövek.

5. ELJÁRÁS**5.1. A vizsgálati minták kezelése**

Ne használjuk a tubusból kinyomott krém első két-három cm-ét.

Mérjük be a következőket egy előzőleg nitrogénnel átöblített centrifugacsőbe (4.3.): 300 mg aszkorbinsavat és 3 g krémet vagy 3 g homogenizált folyadékot.

Csepegtessünk 25 %-os ammóniát (3.4.) az anyaghoz, amíg a pH a 10-et el nem éri. Töltsük fel 10 ml-re 96 %-os etanollal (3.3.).

Homogenizáljuk nitrogén (3.8.) alatt, zárjuk le, majd centrifugáljuk 4 000/perc fordulatszámon 10 percig.

Használjuk a felülúszó folyadékot.

5.2. Kromatográfia**5.2.1. A minta felvitele a lapokra**

Vigyünk fel a kromatográfiai lapra a fent említett referenciaoldatokból 1-1 µl-t nitrogénatmoszféra alatt (3.8.) egy egyenes mentén, 9 pontban.

A referenciaoldatok foltjainak sorrendje a következő:

1	2	3	4	5	6	7	8	9
R	P	H	PPD	DAP	PTD	OPD	OTD	MPD
MTD	α-N							

A 10-es és 11-es pontban pedig 2 µl-t cseppentsünk az 5.1. pontban kapott mintaoldatokból.

A lapot mindaddig tartjuk nitrogénatmoszféra (3.8.) alatt, amíg a kromatográfiát el nem indítjuk.

5.2.2. Előhívás

Helyezzük a lapot előzetesen nitrogénnel (3.8.) átöblített, a négy (3.22.) oldószer egyikének gőzeivel telített kádba, hívjuk elő szobahőmérsékleten (20–25 °C), fénytől védve, amíg az oldószerfront az alapvonalról 15 cm-re távolodik.

Vegyük ki a lapot a kádból, és szárítsuk nitrogén (3.8.) alatt szobahőmérsékleten.

5.2.3. Előhívás

Azonnal fűjünk le a lapot a 3.23. pontban leírt négy előhívó egyikével.

5.2.4. Azonosítás

Hasonlítsuk össze a minta R_f -értékét és színét a párhuzamosan kromatografált referenciaanyagok hasonló jellemzőivel.

Az 1. táblázat példaként megadja valamennyi anyag R_f -értékét és színét az összes oldószerre és indikátorra.

Ha az azonosítás eredménye nem egyértelmű, sikerre vezethet a rámeréses módszer, amikor a vizsgálati mintához hozzáadjuk a megfelelő referenciaanyagot.

5.2.5. Félkvantitatív mérési módszer

Szemrevételezéssel hasonlítsuk össze az 5.2.4. pontban azonosított minden egyes anyag foltjának intenzitását és a referenciaoldatokkal a megfelelő koncentráció-tartományban felvett kromatogramok foltjainak intenzitását.

Ha a mintában előforduló egy vagy több anyag koncentrációja túlságosan nagyra mutatkozik, hígítsuk a mintakivonatot, és ismételjük meg a mérést.

I. TÁBLÁZAT

A foltok R_f értéke és színe közvetlenül a permetezés után

(3.20) Referencia- anyag (3.20.)	Előhívó oldószerek				Indikátor permetezők			
	R_f -értékek				Foltok színe			
	(3.22.1.)	(3.22.2.)	(3.22.3.)	(3.22.4.)	Diazo (3.23.1.)	Ehrlich (3.23.2.)	Dimetil-fenol (3.23.3.)	AgNO ₃ (3.23.4.)
OPD	0,62	0,60	0,30	0,57	világosbarna	–	–	világosbarna
MPD	0,40	0,60	0,47	0,48	ibolyabarna (*)	sárga	világosbarna	világosbarna
PPD	0,20	0,50	0,30	0,48	barna	élénkpiros (*)	ibolya	szürke
OTD	0,60	0,60	0,53	0,60	barna (*)	halvány narancs	világosbarna	szürkésbarna
MTD	0,40	0,67	0,45	0,60	vörösesbarna (*)	sárga	barna	fekete
PTD	0,33	0,65	0,37	0,70	barna	narancs	ibolya (*)	szürke
DAP	0,07	–	0	0,05	barna (*)	narancs	ibolya	barna
H	0,50	0,35	0,80	0,20	–	narancs	ibolya	fekete (*)
α -N	0,90	0,80	0,90	0,75	narancsbarna	–	ibolya (*)	fekete
P	0,37	–	0,67	0,05	barna	nagyon halvány ibolya	nagyon halvány barna	barna (*)
R	0,50	0,37	0,80	0,17	narancs (*)	halványibolya	nagyon halvány barna	világosbarna

Megjegyzések:

1. Az OPD csak gyengén látszik; a (3.22.3.) oldószereleggyel kell egyértelműen elválasztani az OTD-től.

2. (*) A legjobban előhívható színt jelzi.

6. VIZSGÁLAT KÉTDIMENZIÓS VÉKONYRÉTEG-KROMATOGRÁFIÁVAL

A kétdimenziós kromatográfias eljárás végrehajtásához további standardok és reagensek használata szükséges.

6.1. Kiegészítő referenciaoldatok és -anyagok

6.1.1. β -naftol (β -N)

6.1.2. 2-amino-fenol (OAP)

6.1.3. 3-amino-fenol (MAP)

6.1.4. 4-amino-fenol (PAP)

6.1.5. 2-nitro-1,4-fenilén-diamin (2-NPPD)

6.1.6. 4-nitro-1,2-fenilén-diamin (4-NOPD)

Készítsük el a kiegészítő referenciaanyagok 0,5 %-os (m/V) oldatát a 3.21. pontban leírt módon.

6.2. Előhívó oldószerek

6.2.1. Etil-acetát – ciklohexán – 25 %-os ammónia-oldat, (65:30:0,5 térfogatarányban)

6.3. Jelzőrendszer

Helyezzünk egy üvegedényt egy vékonyréteg-kromatográfias előhívó kádba, mérjünk be körülbelül 2 g kristályos jódot, és zárjuk le a kádat egy fedéllel.

6.4. Kromatográfia

- 6.4.1. Az 1. ábrán látható módon húzzunk két merőleges vonalat a vékonyréteg-lapon (4.1.3.), az abszorbens felületén.
- 6.4.2. A lapot nitrogén-atmoszféra (4.1.1.) alatt tartva vigyünk fel az 1. ábra szerinti, az 1 jelű kiindulási pontba 1–4 µl kivonatot (5.1.). A kivonat mennyisége az 5.2. szakaszban kapott kromatogramokon megjelenő foltok intenzitásától függ.
- 6.4.3. Osszuk el a 2 és 3 jelű pont között (1. ábra) az 5.2. szakaszban azonosított vagy az 5.2. szakasz alapján feltételezett oxidáló színezékeket (a pontok közötti távolság 1,5 cm). Vigyünk fel valamennyi referenciaoldatból 2-2 µl-t a DAP kivételével, amelyből 6 µl-t vigyünk fel a lapra. A műveletet nitrogén (6.4.2.) alatt végezzük.
- 6.4.4. Ismételjük meg a 6.4.3. szakaszban leírt műveletet a 4 és 5 jelű kiindulási pontokban (1. ábra) (a pontok közötti távolság 1,5 cm), és tartsuk a lapot nitrogén alatt, amíg a kromatográfia meg nem kezdődik.
- 6.4.5. Öblítsünk át egy kromatográfias kádat nitrogénnel (3.8.), majd öntsünk bele megfelelő mennyiségű 3.22.2. előhívó oldószert. Tegyük a (6.4.4.) lapot a kádba, és hívjuk elő fénytől védve az első elúciós irányba (1. ábra). A kromatografálást addig végezzük, amíg az oldószerfront eltávolodott körülbelül 13 cm-re.
- 6.4.6. Vegyük ki a lapot a kádból, helyezzük egy előzetesen nitrogénnel átöblített kádba, és szárítsuk legalább 60 percen át, hogy az eluáló oldószert elpárologjon.
- 6.4.7. Egy térfogatmérésre alkalmas próbacsővel mérjük be megfelelő mennyiségű eluáló oldószert (6.2.1.) egy előzetesen nitrogénnel (3.8.) átöblített kádba, tegyük be a (6.4.6.) kádba a lapot az előző helyzetéhez képest 90°-kal elforgatva, és addig végezzük a kromatografálást a másik irányban ugyancsak fénytől védve, amíg az oldószerfront el nem éri az abszorbens felületén húzott vonalat. Vegyük ki a lapot a kádból, és szárítsuk meg levegőn.
- 6.4.8. Tegyük be a lapot 10 percre a jódgőzzel (6.3.) telített kromatográfias kádba, és értékeljük a kétdimenziós kromatogramot az egyidejűleg kromatografált referenciaanyagok R_f értéke és színe alapján. (A II. táblázat tájékoztató jelleggel ismerteti az R_f -értékeket és a színeket).

Megjegyzés:

A foltok színének maximális intenzitása úgy biztosítható, ha a kromatogramot az előhívás után fél órán keresztül hagyjuk levegőn állni.

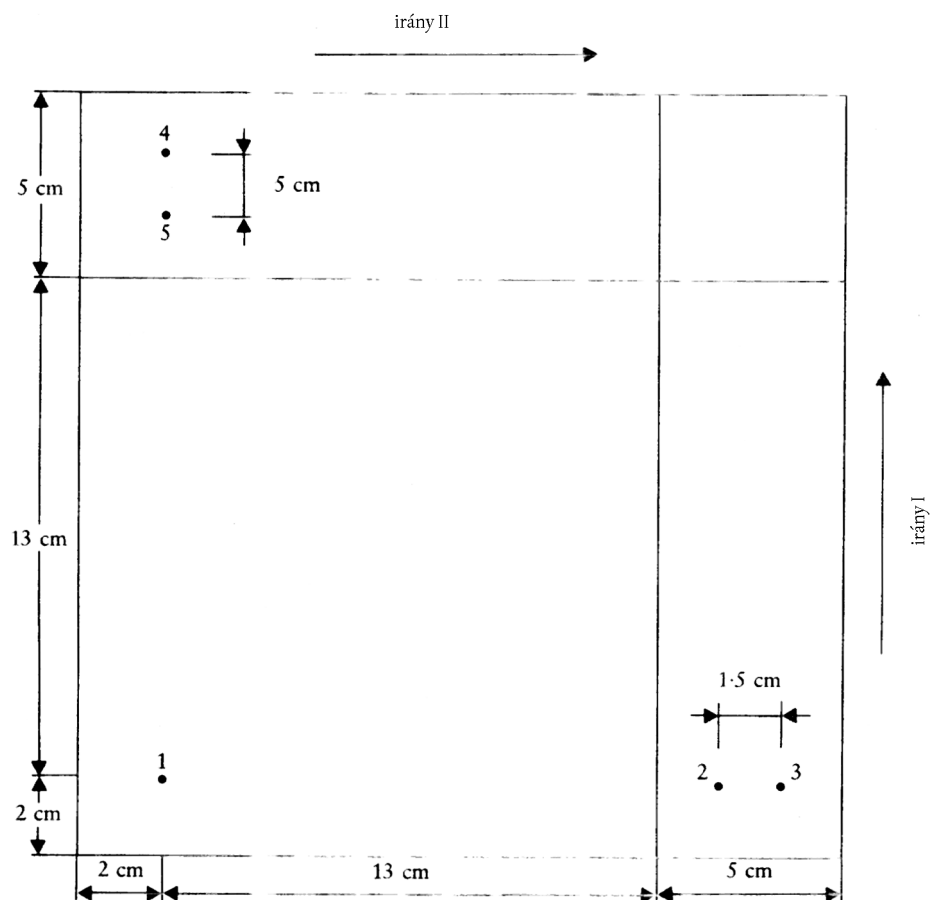
- 6.4.9. A 6.4.8. pontban azonosított oxidáló színezékek jelenléte egyértelműen igazolható, ha a 6.4.1.–6.4.8. pontban írt műveletsort úgy ismételjük meg, hogy a 6.4.2. pontban az 1 jelű kiindulási pontban felvitt mennyiségen felül 1-1 µl-t felviszünk a 6.4.8. pontban azonosított színezékek referenciaoldatából is. Ha ebben a műveletsorban a 6.4.8. ponthoz képest nem jelenik meg új folt, a kromatogramnak a 6.4.8. szerinti értékelése helyes.

II. TÁBLÁZAT

Referenciaadatok színe a kromatográfia és a jódgőzökkel történő előhívás után

Referenciaanyag	Szín, jódgőzökkel történő futtatás után
R	bézs
P	barna
α -N	ibolya
β -N	világosbarna
H	ibolyabarna
MPD	sárgásbarna
PPD	ibolyabarna
MTD	sötétbarna
PTD	sárgásbarna
DAP	sötétbarna
OAP	narancs
MAP	sárgásbarna
PAP	ibolyabarna
2-NPPD	barna
4-NOPD	narancs

1. ábra



III. NITRIT AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

A. AZONOSÍTÁS

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a nitrit kozmetikai termékekben, különösen krémekben és pasztákban történő azonosítására alkalmas.

2. ALAPELV

A nitrit jelenlétét a 2-amino-benzaldehid-fenilhidrazonnal (Nitrine R) képzett színes származékának keletkezése jelzi.

3. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Hígított kénsav: hígítsunk 2 ml tömény kénsavat ($d_4^{20} = 1,84$) 11 ml desztillált vízzel.

3.2. Hígított sósav: hígítsunk 1 ml tömény sósavat ($d_4^{20} = 1,19$) 11 ml desztillált vízzel.

3.3. Metanol

3.4. 2-amino-benzaldehid-fenilhidrazon (Nitrine R reagens) metanolos oldata.

Mérjünk ki pontosan 2,0 g Nitrine R-t, vigyük át veszteség nélkül egy 100 ml-es mérőlombikba. Csepegtessünk hozzá 4 ml hígított sósavat (3.2.), és rázzuk össze. Töltsük fel a jelig metanollal, és addig keverjük, amíg az oldat teljesen ki nem tisztul. Az oldatot barna üvegpalackban (4.3.) tároljuk.

4. ESZKÖZÖK

4.1. 50 ml-es főzőpohár

4.2. 100 ml-es mérőlombik

4.3. 125 ml-es barna üvegpalack

4.4. 10 x 10 cm-es üveglap

4.5. Műanyag spatula

4.6. 10 x 10 cm-es szűrőpapír,

5. ELJÁRÁS

5.1. Egyenletesen terítsük szét a vizsgálandó minta egy részét egy üveglapon (4.4.) ügyelve arra, hogy a lap felületét legfeljebb 1 cm vastagságban borítsa be.

5.2. Itassunk át egy szűrőpapírt (4.6.) -lapot desztillált vízzel. Helyezzük a szűrőpapírt a mintára, és nyomkodjuk le a műanyag spatulával (4.5.).

5.3. Várjunk körülbelül egy percet, majd a szűrőpapír közepére vigyünk fel:

– két csepp hígított kénsavat (3.1.), majd

– két csepp Nitrine R (3.4.) oldatot.

5.4. Öt-tíz másodperc múlva vegyük le a szűrőpapírt, és vizsgáljuk meg a fényel szemben tartva. A nitrit jelenlétét vörösesbíbor színeződés jelzi.

Ha a minta nitrattartalma alacsony, a vörösesbíbor szín öt-tizenöt másodperc után sárgára változik. Nagyobb mennyiségű nitrít jelenlétében ez a színátmenet csak egy-két perc múltán megy végbe.

6. MEGJEGYZÉS

A vörösesbíbor szín intenzitásából és a sárgába történő színátmenet időtartamából a minta nitrattartalmára lehet következtetni.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. CÉL

A módszer a nitrít kozmetikai termékekben történő mennyiségi meghatározását írja le.

2. MEGHATÁROZÁS

A minta nitrattartalmát e módszerrel határozzuk meg, és a nátrium-nitrít tömegszázalékában fejezzük ki.

3. ALAPELV

A minta vízzel történő hígítása és derítése után a jelenlevő nitrítet szulfanil-amiddal és N-1-naftil-etilén-diaminnal reagáltatjuk, és mérjük a keletkező szín optikai sűrűségét 538 nm-en.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Derítő reagens: ezek a reagensk készítésük után legfőbb egy hétig használhatók.

4.1.1. Carrez I reagens:

Oldjunk fel 106 g kálium-[hexaciano-ferrátot(II)], $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ -t desztillált vízben, és hígítsuk vízzel 1 000 ml-re.

4.1.2. Carrez II reagens:

Oldjunk fel 219,5 g cink-acetátot, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ -t és 30 ml jégacetet desztillált vízben, és hígítsuk vízzel 1 000 ml-re.

4.2. Nátrium-nitrít-oldat:

Oldjunk fel 0,500 g nátrium-nitrítet desztillált vízben egy 1 000 ml-es mérőlombikban, és vízzel töltsük fel a jelig. Az így elkészített standard törzsoldat 10,0 ml-ét hígítsuk 500 ml-re; utóbbi oldat egy ml-e 10 mikrogramm $NaNO_2$ -ot tartalmaz.

4.3. 1N nátrium-hidroxid-oldat

4.4. 0,2 % szulfanil-amid-hidroklorid-oldat:

Oldjunk fel 2,0 g szulfanil-amidot 800 ml vízben melegítés közben. Hűtsük le, és keverés közben adjunk hozzá 100 ml tömény sósavat. Hígítsuk vízzel 1 000 ml-re.

4.5. 5N sósav

4.6. N-1-naftil reagens

Ezt az oldatot a felhasználás napján kell készíteni. Oldjunk fel 0,1 g N-1-naftil-etilén-diamin-dihidrokloridot vízben, és hígítsuk vízzel 100 ml-re.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Analitikai mérleg

5.2. 100, 250, 500 és 1 000 ml-es mérőlombik

5.3. Hasas vagy mérőpipetta

- 5.4. 100 ml-es mérőhenger
- 5.5. 15 cm átmérőjű, nitritmentes, redős szűrőpapír
- 5.6. Vízfürdő
- 5.7. Spektrofotométer 1 cm-es úthosszúságú optikai cellával
- 5.8. pH-mérő
- 5.9. 10 ml-es mikrobüretta
- 5.10. 250 ml-es főzőpohár
6. ELJÁRÁS
 - 6.1. Mérjük ki körülbelül 0,5 g-ot (m) 0,1 mg pontossággal a homogenizált mintából, forró desztillált vízzel veszteség nélkül mossuk át egy 250 ml-es főzőpohárba (5.10.), majd forró desztillált vízzel egészítsük ki körülbelül 150 ml-re. Tegyük a főzőpoharat (5.10.) fél órára 80 °C-os (5.6.) vízfürdőbe. Közben időnként rázzuk össze a pohár tartalmát.
 - 6.2. Hűtsük le szobahőmérsékletre, és ezután keverés közben adjunk hozzá 2 ml Carrez I (4.1.1.) reagenst és 2 ml Carrez II reagenst (4.1.2.).
 - 6.3. 1N nátrium-hidroxiddal (4.3.) állítsuk be az anyag pH-ját 8,3-ra. Használjuk a pH-mérőt (5.8.). Vigyük át veszteség nélkül egy 250 ml-es mérőlombikba (5.2.), és töltsük fel a jelig desztillált vízzel.
 - 6.4. Keverjük össze a lombik tartalmát, és redős szűrőn (5.5.) szűrjük a mintát.
 - 6.5. A tiszta szűrletből pipettázzunk (5.3.) megfelelő mennyiséget, de legföljebb 25 ml-t egy 100 ml-es mérőlombikba (5.2.), és desztillált vízzel egészítsük ki a térfogatát 60 ml-re.
 - 6.6. Az összekeverést követően adjunk hozzá 10,0 ml szulfanil-amid-hidroklorid-oldatot (4.4.), majd 6,0 ml 5N sósavat (4.5.). Keverjük össze, és hagyjuk állni az oldatot öt percig. Adjunk hozzá 2,0 ml N-1-naftil reagenst (4.6.), keverjük össze, és hagyjuk állni három percig. Hígítsuk vízzel jelig, és keverjük össze.
 - 6.7. A vakpróba készítéséhez ismételjük a 6.5. és 6.6. műveletet az N-1-naftil reagensnek (4.6.) az oldathoz történő hozzáadása nélkül.
 - 6.8. Mérjük (5.7.) a 6.6. műveletben kapott oldat optikai sűrűségét 538 nm-en, referenciaként a vakoldatot (6.7.) használjuk.
 - 6.9. A kalibrációs görbéről (6.10.) olvassuk le a minta 6.8. pontban mért optikai sűrűségnek megfelelő nátrium-nitrit-tartalmat mikrogramm/100 ml koncentráció egységben (m_1 mikrogramm).
 - 6.10. A 10 µg/ml koncentrációjú nátrium-nitrit (4.2.) -oldat felhasználásával készítsünk 0, 20, 40, 60, 80, 100 µg nátrium-nitrit/100 ml koncentrációjú oldatokat, és vegyük fel a nátrium-nitrit kalibrációs egyenesét.
7. SZÁMÍTÁS

Számítsuk ki a minta nátrium-nitrit-tartalmát tömegszázalékban a következő képlet segítségével:

$$\% \text{NaNO}_2 = \frac{250}{V} \times m_1 \times 10^{-6} \times \frac{100}{m} = \frac{m_1}{V \times m \times 40}$$

ahol:

m = a vizsgálatra kivett minta tömege grammban (6.1),

m_1 = a 6.9. pontban meghatározott nátrium-nitrit-tartalom mikrogrammban,

V = a méréshez (6.5.) felhasznált szűrlet térfogata ml-ben.

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG (*)

0,2 % (m/m) körüli nátrium-nitrit-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,005 %-ot.

IV. SZABAD FORMALDEHID AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a szabad formaldehid azonosítását és mennyiségi meghatározását írja le. A módszer valamennyi kozmetikai terméknel alkalmazható, és három részből áll:

1.1. Azonosítás

1.2. Mennyiségi meghatározás pentán-2,4-dion kolorimetriával

Ez a módszer nem alkalmazható, ha a formaldehid kötött vagy polimer formában van jelen, mint például formaldehid-donorok esetében. Ha az eredmények meghaladják a legnagyobb megengedett koncentrációt, az alábbiakban leírt módszert kell alkalmazni.

1.3. Mennyiségi meghatározás biszulfittal

Ez a módszer a legtöbb kötött vagy polimer vegyületet nem veszi figyelembe. Bizonyos instabil összetételeket (például hexametilén-tetramin) azonban ez a módszer is mér. Ráadásul a lúgosság mérése pufferoldatban nehéz.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

A minta szabadformaldehid-tartalmát e módszerrel határozzuk meg, és tömegszázalékban fejezzük ki.

3. ALAPELV

3.1. Első rész – azonosítás

Kénsavas közegben a formaldehid a Schiff-reagenssel rózsaszín vagy mályvaszínű vegyületet képez.

3.2. Második rész – meghatározás pentán-2,4-dionnal

Ammónium-acetát jelenlétében a formaldehid 3,5-diacetil-1,4-dihidro-lutidin keletkezése mellett reagál pentán-2,4-dionnal. Ezt bután-1-ol-lal kivonjuk, és 410 nm-en mérjük a bután-1-ol-kivonat abszorbanciáját.

(*) ISO 5725 szabvány szerint.

3.3. Harmadik rész – meghatározás biszulfittal

Formaldehid savas közegben, 0 °C-on addíciós vegyület képződése mellett reagál szulfittal. A főlegben levő protonokat titráljuk nátrium-hidroxiddal. A formaldehid mennyiségének meghatározására szolgáló számítás alapja a protonfogyás. A szulfitmentes közegben elvégzett vakpróba segítségével megállapítható a mérendő közeg savassága vagy lúgossága.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Jégecet**4.2. Vízmentes ammónium-acetát****4.3. Bután-1-ol****4.4. Kénsav, kb. 2N****4.5. Frissen készített 0,1 M nátrium-szulfit-oldat****4.6. Schiff-reagens: bemérünk 100 mg fukszint egy főzőpohárba, és 80 °C-on, 75 ml vízben feloldjuk.**

Hűtés után adjunk hozzá 2,5 g nátrium-szulfit-heptahidrátot ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) és 1,5 ml tömény sósavat ($d_4^{20} = 1,19$). Töltsük fel 100 ml-re.

(A reagens legfeljebb két hétig használható.)

4.7. Pentán-2,4-dion reagens

Oldjunk fel egy 1 000 ml-es mérőlombikban:

150 g ammónium-acetátot (4.2.),

2 ml pentán-2,4-diont (alacsony nyomáson frissen desztillálva – a reagensnek nem lehet elnyelése 410 nm-en),

3 ml jégecet (4.1.).

Töltsük fel 1 000 ml-re vízzel (az oldat pH-ja körülbelül 6,4).

A reagenst frissen kell készíteni.

4.8. 0,1N standardkénsav-oldat**4.9. 0,1N standard nátrium-hidroxid-oldat****4.10. 0,1N jóddoldat****4.11. 0,1N nátrium-tioszulfát-oldat****4.12. Formaldehid-törzsoldat**

Öntsünk 5g 37–40 %-os formaldehidet egy 1 000 ml-es mérőlombikba, és egészítsük ki 1 000 ml-re.

Állapítsuk meg az oldat titerét a következőképpen: Vegyünk ki 10,00 ml-t; adjunk hozzá 25,00 ml standard 0,1N jóddoldatot (4.10.) és 10 ml 1N nátrium-hidroxid-oldatot.

Hagyjuk állni öt percig.

Savanyítsuk az oldatot 11 ml 1N HCl-dal, és titráljuk a 0,1 N jóddoldat főlölegét standard 0,1N nátrium-tioszulfát-oldattal (4.11.), indikátorként keményítődoldatot használjunk.

1 ml 0,1 N jóddoldat (4.10.) egyenértékű 1,5 mg formaldehiddel.

4.13. Formaldehid-referenciaoldat

Pipetázzunk 5,00 ml törzsoldatot (4.12.) egy 100 ml-es mérőlombikba, és töltsük föl 100 ml-re ionmentes vízzel.

Pipetázzunk 5,00 ml-t a fenti oldatból egy 500 ml-es mérőlombikba, és töltsük fel a jelig ionmentes vízzel.

Az így készült oldat 1 ml-e körülbelül 1 µg formaldehidet tartalmaz.

Számítsuk ki a pontos formaldehid-tartalmat.

4.14. Timolftalein-oldat, 0,1g/100 ml 50 %-os etanolban**4.15. Referencia-reagens-oldat: megegyezik a 4.7. pont alatti oldattal, de nem tartalmaz pentán-2,4-diont.****5. ESZKÖZÖK****5.1. Szokásos laboratóriumi eszközök****5.2. Szűrőpapír, Whatman-1-PS vagy ezzel egyenértékű****5.3. Centrifuga**

- 5.4. Spektrofotométer
- 5.5. 1 cm-es optikai úthosszú üvegküvetta
- 5.6. Potenciométer regisztráló szerkezettel
- 5.7. Üveg/kalomelelektrodok (ajánlatos különleges, alacsony hőmérsékletű elektrodok használata).
6. ELJÁRÁS
- 6.1. **Azonosítás**
- 6.1.1. Mérjük be 2 g vizsgálati mintát egy 10 ml-es főzőpohárba.
- 6.1.2. Adjunk hozzá két csepp 2N kénsavat (4.4.) és 2 ml Schiff-reagenst (4.6.) (a reagensnek használat előtt teljesen színtelennek kell lennie).
- Rázzuk össze és hagyjuk állni öt percig.
- 6.1.3. Ha rózsaszín vagy mályvaszínű elszíneződés jelenik meg az öt perc alatt, a mintában több mint 0,01 % formaldehid van, és mennyiségét a 6.2., illetve ha szükséges, a 6.3. pontban írt eljárás szerint meg kell határozni.
- 6.2. **Mennyiségi meghatározás pentán-2,4-dion kolorimetriával**
- 6.2.1. *Mintaoldat*
- 6.2.1.1. Mérjük be egy 100 ml-es mérőlombikba 0,001 g pontossággal annyi vizsgálati mintát (m grammal), hogy a várható formaldehid-tartalom körülbelül 150 mikrogramm legyen.
- 6.2.1.2. Töltsük fel a jelleg ionmentes vízzel, és keverjük össze.
- 6.2.1.3. Egy 50 ml-es Erlenmeyer-lombikba pipetázzunk:
- 10,00 ml-t a 6.2.1.2. oldatból,
- 5,00 ml pentán-2,4-dion reagenst (4.7.),
- annyi ionmentes vizet, hogy a végtérfogat 30 ml legyen.
- 6.2.2. *Referenciaoldat*
- A referenciaoldat használatával a vizsgálati minta háttérszíne által okozott esetleges zavaró hatás kiküszöbölhető.
- Egy 50 ml-es Erlenmeyer-lombikba adjunk:
- 10,00 ml-t a 6.2.1.2. oldatból,
- 5,00 ml referencia-reagens-oldatot (4.15.),
- annyi ionmentes vizet, hogy a végtérfogat 30 ml legyen.
- 6.2.3. *Vakoldat*
- Egy 50 ml-es Erlenmeyer-lombikba adjunk:
- 5,00 ml pentán-2,4-dion reagenst (4.7.),
- annyi ionmentes vizet, hogy a végtérfogat 30 ml legyen.
- 6.2.4. *Mennyiségi meghatározás*
- 6.2.4.1. Rázzuk össze a 6.2.1.3., 6.2.2. és 6.2.3. pontban leírt műveletekben kapott oldatokat, és tegyük 60 °C-os vízfürdőbe pontosan 10 percre. Hűtsük két percig jeges vizes fürdőben.

- 6.2.4.2. Öntsük a lombikok tartalmát külön-külön 10,00 ml bután-1-olt (4.3.) tartalmazó választótolcsérekbe. Öblítsük át mindhárom lombikot 3–5 ml vízzel, és adjuk ezt az öblítőfolyadékot is a választótolcsérekhez. Pontosan 30 másodpercig erőteljesen rázzuk össze a keverékeket. Hagyjuk szétválni a fázisokat.
- 6.2.4.3. Szűrjük be a mérőküvetékbe a fázisokat szűrőpapíron keresztül. A centrifugálás (5 000 fordulat/perc, 5 perc) itt kevésbé célszerű, és hosszabb ideig tart.
- 6.2.4.4. Mérjük meg a 6.2.1.3. mintaoldat kivonatának optikai sűrűségét, A_1 -et a 6.2.2. referenciaoldat kivonatával szemben 410 nm-en.
- 6.2.4.5. Hasonlóan mérjük a 6.2.3. vakoldat kivonatát, A_2 -t bután-1-ollal szemben.

Megjegyzés:

Az Erlenmeyer-lombikoknak a 60 °C-os vízfürdőbe történő betételétől számítva 25 percen belül valamennyi műveletet végre kell hajtani.

6.2.5. *Kalibrációs görbe*

6.2.5.1. Egy 50 ml-es Erlenmeyer-lombikba adjunk:

5,00 ml standard oldatot (4.13.),

5,00 ml pentán-2,4-dion reagenst (4.7.),

és annyi ionmentes vizet, hogy a végtérfogat 30 ml legyen.

6.2.5.2. Folytassuk a vizsgálatot 6.2.4.5. pontban leírt módon, mérjük az optikai sűrűséget bután-1-ollal szemben.

6.2.5.3. Ismételjük meg az eljárást 10, 15, 20 és 25 ml standard oldattal.

6.2.5.4. A nullánál mért értéket (a reagens optikai sűrűségével megegyezően) a 6.2.4.5. lépés végrehajtásával kapjuk.

6.2.5.5. Vonjuk le a (6.2.4.5.) nulla értéket külön-külön a 6.2.5.2. és 6.2.5.3. műveletekben kapott optikai sűrűségekből, és rajzoljuk meg a kalibrációs görbét. A Beer-törvény 30 µg formaldehid-tartalomig érvényes.

6.3. **Meghatározás biszulfittal**

6.3.1. *A vizsgálati minta előkészítése*

6.3.1.1. A minta vizsgálatára

Egy tározott főzőpohárba mérjük be 0,001 g pontossággal annyi vizsgálati mintát (m grammal), hogy várható formaldehid-tartalma 3 és 20 mg között legyen.

6.3.1.2. A referenciavizsgálathoz

Hasonló módon mérjük be a referenciavizsgálati mintát (m grammal).

6.3.2. *Meghatározás*

6.3.2.1. Egy 100 ml-es főzőpohárba mérjük be 50,00 ml 0,1N nátrium-szulfidot (4.5.), és adjunk hozzá 10,00 ml 0,1N kénsavat (4.8.). Rázzuk össze.

6.3.2.2. Az oldat hőmérsékletét tartjuk + 2 °C-on, ehhez tegyük a főzőpoharat jeges sólébe. Öntsük hozzá az oldathoz a 6.3.1.1. vizsgálati mintát.

6.3.2.3. Az oldat folyamatos rázása közben késlekedés nélkül végezzük el a potenciometrikus titrálást (4.9.) 0,1N nátrium-hidroxiddal, közben tartjuk az oldat hőmérsékletét + 2 és + 4 °C között (a semlegesítési pont pH 9 és 11 között van). Legyen V_1 a 0,1N nátrium-hidroxid (4.9.) fogyása.

6.3.3. Vakpróba

Titráljunk meg egy másik, a 6.3.2.1. pontban leírt módon elkészített oldatot a 6.3.2. pontban leírt körülmények között.

Legyen V_2 a 0,1N nátrium-hidroxid (4.9.) fogyása.

6.3.4. Referenciaminta vizsgálata

Határozzuk meg a vizsgálati minta, m' , savasságát vagy lúgosságát 0,1N nátrium-hidroxiddal (4.9.) vagy 0,1N kénsavval (4.8.) végzett potenciometrikus titrálással. Legyen v' a 0,1N nátrium-hidroxid vagy a 0,1N kénsav fogyása.

6.3.5. Megjegyzések

Fontos a vizsgálati körülmények szigorú betartása.

A meghatározás elvégezhető timoltalein indikátor (4.14.) jelenlétében is.

7. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

7.1. A kolorimetrikus módszer eredményének számítása

7.1.1. Vonjuk le A_2 -t A_1 -ből, és olvassuk le mikrogrammban a (6.2.5.5.) kalibrációs görbéről a formaldehid C mennyiségét a (6.2.1.3.) vakoldatban.

7.1.2. Számítsuk ki a minta formaldehid-tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{formaldehid-tartalom, \%} = \frac{C}{10^3 \times m}$$

7.2. A biszulfitos módszer eredményének számítása

Számítsuk ki a referenciavizsgálatban fogyott 0,1N nátrium-hidroxid (4.9.) vagy 0,1N kénsav (4.8.) térfogatának a tömeghez (m) viszonyított arányát,

$$v = \frac{v' \cdot m}{m'}$$

Semleges terméknel v értéke természetesen nulla.

7.2.1. Savas termék esetén:

$$\text{formaldehid-tartalom, \%} = \frac{0,30 (V_2 - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. Lúgos termék esetén:

$$\text{formaldehid-tartalom, \%} = \frac{0,30 (V_2 - V_1 - v)}{m}$$

7.3. Megjegyzés

Ha a két módszerrel kapott eredmények különböznek, a kisebb értéket kell figyelembe venni.

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG (!)

A termék 0,2 % (m/m) körüli formaldehid-tartalma esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értéke a kolorimetriás módszernél nem haladhatja meg a 0,005 %-ot, a biszulfitos módszernél nem haladhatja meg a 0,05 %-ot.

(!) ISO 5725 szabvány szerint.

V. REZORCIN MEGHATÁROZÁSA SAMPONOKBAN ÉS HAJSZESZKEKBEN

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer rezorcin samponokban és hajszeszkekben történő gázkromatográfiás meghatározását írja le. A módszer a minta tömegére vonatkoztatva 0,1–2,0 % rezorcin meghatározására alkalmas.

2. MEGHATÁROZÁS

Az ezzel a módszerrel meghatározott rezorcintartalmat a minta tömegére vonatkoztatva tömegszázalékban adjuk meg.

3. ALAPELV

A rezorcint és a belső standardként adott 3,5-dihidroxi-toluolt a mintától vékonyréteg-kromatográfiával választjuk el. A két vegyületet a vékonyréteg-lapról lekaparva és metanollal kivonva izoláljuk. Végül a kivont vegyületeket megszáritjuk, szililezzük, és gázkromatografáljuk.

4. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. 25 %-os (m/m) sósav

4.2. Metanol

4.3. 96 %-os (v/v) etanol

4.4. Készre gyártott szilikagél VRK lapok (műanyag vagy alumínium) fluoreszcens indikátorral. Hatástalanítsuk a következők szerint: fűjjük le a közönséges, előre bevont szilikagél lapokat vízzel, amíg fényessé nem válnak. Hagyjuk szobahőmérsékleten egy-három órán keresztül száradni a lefűjt lapokat.

Megjegyzés:

A lap hatástalanítása nélkül a rezorcin szilikagélen történő irreverzibilis abszorpciója miatt veszteség léphet föl.

4.5. Előhívó oldószer: aceton – kloroform – ecetsav (20:75:5 térfogatarányban).

4.6. Rezorcin-standard-oldat: oldjunk fel 400 mg rezorcint 100 ml 96 %-os etanolban (4.3.) (1 ml 4 000 µg rezorcint tartalmaz).

4.7. Belső standard oldat: oldjunk fel 400 mg 3,5-dihidroxi-toluolt (DHT) 100 ml 96 %-os etanolban (4.3.) (1 ml 4 000 µg DHT-t tartalmaz).

4.8. Standard elegy: elegyítsünk 10 ml 4.6. és 10 ml 4.7. szerinti oldatot egy 100 ml-es mérőlombikban, töltsük a jelleg 96 %-os etanollal (4.3.), és keverjük össze (1 ml 400 µg rezorcint és 400 µg DHT-t tartalmaz).

4.9. Szililezőszerek:

4.9.1. N,O-bis-(trimetil-szilil)-trifluoro-acetamid (BSTFA)

4.9.2. Hexametil-diszilazán (HMDS)

4.9.3. Trimetil-klórszilán (TMCS)

5. ESZKÖZÖK

5.1. A vékonyréteg-kromatográfia és a gázkromatográfia szokásos felszerelése

5.2. Üvegeszközök

6. ELJÁRÁS

6.1. **Minta-előkészítés**

6.1.1. Egy 150 ml-es főzőpohárba a termékből mérjük be annyi vizsgálati mintát (m gramm), amely körülbelül 20–50 mg rezorcint tartalmaz.

6.1.2. Adjunk hozzá sósavat (4.1.), amíg a keverék savassá nem válik (mintegy 2–4 ml szükséges), és adjunk hozzá 10 ml (40 mg DHT) belső standard oldatot (4.7.), és keverjük össze. Etanollal (4.3.) mossuk át egy 100 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig etanollal, és keverjük össze.

6.1.3. Vigyünk fel 250 µl (6.1.2) oldatot egy deaktivált szilikagél lapra (4.4.) egy 8 cm hosszú, folyamatos egyenes mentén. Ügyeljünk arra, hogy az egyenes minél vékonyabb legyen.

6.1.4. Ugyanígy vigyünk fel a standard elegyből (4.8.) 250 µl-t ugyanarra a lapra (6.1.3.).

6.1.5. Az előhívást követő azonosítás egyszerűsítése céljából ugyanazon a lapon vigyünk fel párhuzamosan az alaponalra két pontban 5-5 µl-t a 4.6. és a 4.7. oldatból.

6.1.6. Fejlesszük ki a lapot az előhívó szerrel (4.5.) megtöltött telítetlen kádban, amíg az oldószerfront el nem távolodik az alapvonalától 12 cm-re, ez általában körülbelül 45 percet vesz igénybe. Szárítsuk meg levegőn a lapot, és állapítsuk meg a rezorcín/DHT-zóna helyét rövidhullámú UV fényben (254 nm). A két vegyület R_f -értéke nagyjából megegyezik. A sávok sötét külső határvonalától két mm-re egy ceruzával rajzoljuk körbe a sávokat. Kaparjuk le ezeket a zónákat, és az egyes sávokat tartalmazó abszorbenst külön-külön 10 ml-es palackokban gyűjtjük.

6.1.7. Vonjuk ki a mintát és a standard elegyet tartalmazó abszorbenst a következőképpen:

adjunk hozzá 2 ml metanolt (4.2.), és állandó keverés mellett egy órán keresztül vonjuk ki. Szűrjük a keveréket, majd ismételjük meg a műveletet 2 ml metanollal 15 percig extrahálva.

6.1.8. Egyesítsük a metanolos kivonatot, és megfelelő szárítószerrel töltött vákuum-deszikkátorban egy éjszakán át szárítva párologtassuk el az oldószert. Semmiképpen ne melegítsük a mintákat.

6.1.9. A maradékkal végezzük el (6.1.8.) a szililezését a 6.1.9.1. vagy pedig a 6.1.9.2. alatt leírt módon.

6.1.9.1. Egy mikrofecskendővel adjunk hozzá 200 µl BSTFA-t (4.9.1.), és egy zárt edényben hagyjuk állni a keveréket 12 órán keresztül, szobahőmérsékleten.

6.1.9.2. Adjunk hozzá egymás után 200 µl HMDS-t (4.9.2.) és 100 µl TMCS-t (4.9.3.) egy mikrofecskendővel, és egy zárt edényben melegítsük a keveréket 30 percen át 60 °C-on. Hűtsük le a keveréket.

6.2. **Gázkromatográfia**

6.2.1. *Gázkromatográfias körülmények*

Az oszlop a következő megoldást eredményezi: R nem lehet kisebb, mint 1,5,

$$R = \frac{2 d' (r_2 - r_1)}{w_1 + w_2},$$

ahol:

r_1 és r_2 = két csúcs retenciósideje percben,

w_1 és w_2 = ugyanezen csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége mm-ben,

d' = a diagrampapír sebessége mm/percben.

Ez a felbontás a következő beállítások mellett érhető el:

Oszlop	anyaga:	rozsdamentes acél
	hossza:	200 cm
	belső átmérője:	~ 3 mm
	töltete:	10 % OV-17 100–120 mesh CHROMOSORB WAW-on

Lángionizációs detektor

Hőmérsékletek:

oszlop:	185 °C (izoterm)
detektor:	250 °C
injektor:	250 °C
Vivőgáz:	nitrogén
térfogatáram:	45 ml/perc

A hidrogén és levegő térfogatáramának beállításával kapcsolatban kövessük a gyártó utasításait.

- 6.2.2. Fecskendezzünk a 6.1.9. pont szerint elkészített oldatokból 1–3 µl-t a gázkromatográfra. Minden (6.1.9.) oldatból ötször fecskendezzünk, mérjük az egy anyaghoz tartozó csúcsterületeket, átlagoljuk ezeket, és számítsuk ki a csúcsterületarányt, S-t. $S = \text{rezorcin-csúcsterület/DHT-csúcsterület}$.

7. SZÁMÍTÁS

A mintában a rezorcin koncentrációját tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet fejezi ki:

$$\text{Rezorcin, \%} = \frac{4}{M} \times \frac{S_{\text{minta}}}{S_{\text{standard egyveleg}}}$$

ahol:

M = vizsgálati minta tömege grammban (6.1.1.),

S_{minta} = a 6.2.2. alapján számított, a mintaoldatra vonatkozó átlag csúcsterületarány,

$S_{\text{standard elegy}}$ = a 6.2.2. alapján számított, a standard elegyre vonatkozó átlag csúcsterületarány.

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG (*)

0,5 % körüli rezorcintartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,025 %-ot.

VI. METANOL MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA ETANOLRA VAGY PROPÁN-2-OLRA VONATKOZTATVA

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer metanol gázkromatográfias meghatározását írja le valamennyi kozmetikai termékfajtában (ideértve az aeroszolókat is).

A módszerrel 0–10 % koncentrációk határozhatók meg.

2. MEGHATÁROZÁS

A módszerrel meghatározott metanoltartalmat etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatva tömegszázalékban adjuk meg.

3. ALAPELV

A meghatározás gázkromatográfiával történik.

(*) ISO 5725 szabvány szerint.

4. REAGENSEK
- Használjunk analitikai minőségű reagenseket.
- 4.1. Metanol
- 4.2. Abszolút etanol
- 4.3. Propán-2-ol
- 4.4. Vízzel alkoholmentesített kloroform
5. ESZKÖZÖK
- 5.1. Gázkromatográf:
- hővezetési detektor aeroszol mintákra,
lángionizációs detektor nem aeroszol mintákra.
- 5.2. 100 ml-es mérőlombikok
- 5.3. 2 ml-es, 20 ml-es, és 0–1 ml-es tartományú pipetták
- 5.4. 0–100 µl-es és 0–5 µl-es mikrofecskendők
- és (csak aeroszol minták adagolására) különleges gázzáró fecskendő tolattyúval (lásd a mintavételi eljárásról szóló 5. ábrát (!)).
6. ELJÁRÁS
- 6.1. **Minta-előkészítés**
- 6.1.1. Az aeroszol készítményeket az 1980. december 22-i 80/1335/EGK (!) bizottsági irányelv mellékletének II. fejezete alapján mintázzuk, majd gázkromatográfiásan vizsgáljuk a 6.2.1. pontban leírt körülményeknek megfelelően.
- 6.1.2. Az említett II. fejezetnek megfelelően mintavételezett nem aeroszol termékeket vízzel 1–2 %-os etanol- vagy propán-2-ol-tartalomra hígítjuk, majd gázkromatográfiásan vizsgáljuk a 6.2.2. pontban leírt körülményeknek megfelelően.
- 6.2. **Gázkromatográfia**
- 6.2.1. Aeroszol minták esetén hővezetési detektort használunk.
- 6.2.1.1. Az oszlop töltete 10 % Hallcomid M18, 100–200 mesh CHROMOSORB WAW hordozón.
- 6.2.1.2. Az oszlop a következő megoldást eredményezi: R nem lehet kisebb, mint 1,5,
- $$R = 2 \frac{d' r_2 - d' r_1}{w_1 + w_2},$$
- ahol:
- r_1 és r_2 = két csúcs retenció ideje percben,
- w_1 és w_2 = ugyanezen csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége mm-ben,
- d' = a papírdiagram sebessége mm/percben.
- 6.2.1.3. Ez a felbontás az alábbi beállítások mellett érhető el:
- | | |
|--------------------------------|-------------------|
| Oszlop anyaga: | rozsdamentes acél |
| hossza: | 3,5 m |
| belső átmérője: | 3 mm |
| Hővezetési detektor híd árama: | 150 mA |

(!) HL L 383., 1980.12.31., 27. o.

vivőgáz:	hélium
nyomás:	2,5 bar
térfogatáram:	45 ml/perc
Hőmérsékletek:	
injektor:	150 °C
detektor:	150 °C
oszlop:	65 °C

A csúcsterületmérés pontossága elektronikus integrálással javítható.

6.2.2. Nem aeroszol minták

6.2.2.1. Az oszlop Chromosorb 105 vagy Porapak QS töltetű, és a lángionizációs detektort használjuk.

6.2.2.2. Az oszlop a következő megoldást eredményezi: R nem lehet kisebb, mint 1,5,

$$R = 2 \frac{d' r_2 - d' r_1}{w_1 + w_2},$$

ahol:

r_1 és r_2 = két csúcs retenció ideje percben,

w_1 és w_2 = ugyanezen csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége mm-ben,

d' = a papírdiagram sebessége mm/percben.

6.2.2.3. Ez a felbontás az alábbi beállítások mellett érhető el:

Oszlop anyaga:	rozsdamentes acél
hossza	2 m
belső átmérője:	3 mm
Elektrométer érzékenysége:	8×10^{-10} A
Gázok:	
vivőgáz:	nitrogén
nyomás	2,1 bar
térfogatáram:	40 ml/perc
Detektor gázok:	hidrogén
nyomás:	1,5 bar
térfogatáram:	20 ml/perc
Hőmérsékletek:	
injektor	150 °C
detektor:	230 °C
oszlop	120–130 °C

7. KALIBRÁCIÓS GÖRBE

7.1. A 6.2.1. szakasz szerinti gázkromatográfiai eljárás végrehajtása (Hallcomid M18 oszlop) esetén készítsük el az alábbi táblázatban felsorolt standard elegyeket. A készítés során a komponenseket pipettával adjuk az elegyhez, de a pontos bemérést úgy határozzuk meg, hogy minden egyes hozzáadást követően lemérjük a pipettát vagy a lombikot.

Relatív tartalom (m/m %)	Metanol (ml)	Etanol vagy propán-2-ol (ml)	Kloroformmal töltve
körülbelül 2,5 %	0,5	20	100 ml-re
körülbelül 5,0 %	1,0	20	100 ml-re
körülbelül 7,5 %	1,5	20	100 ml-re
körülbelül 10,0 %	2,0	20	100 ml-re

Injektáljunk 2–3 µl-t a gázkromatográfia a 6.2.1. szerinti körülmények beállítása mellett.

Számítsuk ki valamennyi elegyre a (metanol/etanol-) vagy a (metanol/propán-2-ol-) csúcsterületarányt. Ábrázoljuk a standard görbét a következőket feltüntetve:

X-tengely: % metanol/etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatva,

Y-tengely: (metanol/etanol-) vagy (metanol/propán-2-ol-) csúcsterületarány.

- 7.2. A 6.2.2. pontban leírt gázkromatográfiás eljárás végrehajtása (Porapak QS vagy Chromosorb 105) esetén készítsük el az alábbi táblázatban felsorolt standard elegyeket. A készítés során a komponenseket pipettával vagy mikrofecskendővel adjuk az elegyhez, de a pontos mennyiséget minden esetben úgy határozzuk meg, hogy a hozzáadást követően lemérjük a pipettát vagy a lombikot.

Relatív tartalom (m/m %)	Metanol (μ l)	Etanol vagy propán-2-ol (ml)	Hozzáadott víz térfogata
körülbelül 2,5 %	50	2	100 ml
körülbelül 5,0 %	100	2	100 ml
körülbelül 7,5 %	150	2	100 ml
körülbelül 10,0 %	200	2	100 ml

Injektáljunk 2–3 μ l-t a gázkromatográfra a 6.2.2. pontban írt körülmények beállítása mellett.

Számítsuk ki valamennyi elegyre a (metanol/etanol-) vagy a (metanol/propán-2-ol-) csúcsterület arányt. Ábrázoljuk a standard görbén a következőket feltüntetve:

X-tengely: % metanol/etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatva,

Y-tengely: (metanol/etanol-) vagy (metanol/propán-2-ol-) csúcsterületarány.

- 7.3. A standard kalibrációs görbének lineárisnak kell lennie.

8. MEGISMÉTELHETŐSÉG (*)

A termék etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatott 5 % körüli metanoltartalma esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség nem haladhatja meg a 0,25 %-ot.

(*) ISO 5725 szabvány szerint.