

MAGYAR



KÖZLÖNY

A MAGYAR KÖZTÁRSASÁG HIVATALOS LAPJA

Budapest,
2004. február 10.,
kedd

13. szám

Ára: 4025,- Ft

TARTALOMJEGYZÉK

5/2004. (II. 10.) ESZCSM r.	A kozmetikai termékek biztonságosságáról, gyártási, forgalmazási feltételeiről és közegészségügyi ellenőrzéséről szóló 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelet módosításáról	962
6/2004. (II. 10.) ESZCSM r.	A kozmetikai termékek összetételének vizsgálatához alkalmazandó módszerekről	1002
15/2004. (II. 10.) FVM r.	Az egyes gyümölcsfajok és szőlő ültetvények telepítésének támogatásáról	1154
2/2004. (II. 10.) NKÖM r.	A Nemzeti Kulturális Alapprogramról szóló 1993. évi XXIII. törvény végrehajtásáról szóló 13/1999. (VIII. 27.) NKÖM rendelet módosításáról	1159
	Helyesbítés	1159

Oldal

II. rész JOGSZABÁLYOK

A Kormány tagjainak rendeletei

Az egészségügyi, szociális és családügyi miniszter 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelete

a kozmetikai termékek biztonságosságáról, gyártási, forgalmazási feltételeiről és közegészségügyi ellenőrzéséről szóló 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelet módosításáról

Az egészségügyről szóló 1997. évi CLIV. törvény 247. §-a (2) bekezdésének *da)* pontjában kapott felhatalmazás alapján a következőket rendelem el:

1. §

(1) A kozmetikai termékek biztonságosságáról, gyártási, forgalmazási feltételeiről és közegészségügyi ellenőrzéséről szóló 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelet (a továbbiakban: R.) 1. §-ának (2) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(2) E rendelet alkalmazásában kozmetikai termék minden olyan anyag vagy készítmény, amely az emberi testtel (bőr, szőrzet, köröm, ajak, külső nemi szervek) külsőleg vagy a fogakkal és a szájüreg nyálkahártyájával érintkezésbe kerül elsődlegesen azzal a céllal, hogy azokat tisztítsa, illatosítsa, védje, ápolja, megjelenését megváltoztassa, illetve kiküszöbölje a kellemetlen testszagot.”

(2) Az R. 1. §-ának (4) bekezdése a következő szöveggel egészül ki:

„valamint annak magyarországi meghatalmazott képviselője.”

2. §

(1) Az R. 2. §-ának (1) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„2. § (1) A Magyar Köztársaság területén kozmetikai terméket csak olyan természetes vagy jogi személy, illetve jogi személyiséggel nem rendelkező gazdasági társaság gyárthat, amely gyártási tevékenységét a 3. § (1) bekezdése szerint bejelenti.”

(2) Az R. 2. §-a a következő (5)—(7) bekezdésekkel egészül ki:

„(5) Tilos olyan kozmetikai terméket forgalomba hozni, amely az Európai Unióban osztályozott veszélyes anyagok

jegyzékéről szóló 8004/2000. (EüK. 22.) EüM tájékoztató szerint rákkeltő, mutagén vagy reprodukció-károsító 1., 2. és 3. kategóriájú veszélyes anyagokat tartalmaz. A 3. kategóriájú anyag a kozmetikai termékben felhasználható, ha az anyagot a Fogyasztóknak Szánt Kozmetikai Termékek és Nem Élelmiszer Termékek Tudományos Bizottsága (SCCNFP) értékelte és az anyagot a kozmetikai termékben való felhasználásra alkalmasnak találta.

(6) Tilos olyan kozmetikai terméket, ideértve a mintapéldányt is forgalomba hozni,

a) amelynek végső összetételét — az ismételt dózis toxicitással, a reprodukciós toxicitással és a toxikokinetikával kapcsolatos vizsgálatok kivételével — az e rendelet követelményeinek való megfelelés érdekében, alternatív módszer európai közösségi szintű hivatalos elfogadását követően az alternatív módszertől eltérően állatkísérlet felhasználásával igazolták,

b) amely olyan összetevőt vagy összetevő-kombinációt tartalmaz, amelyet — az ismételt dózis toxicitással, a reprodukciós toxicitással és a toxikokinetikával kapcsolatos vizsgálatok kivételével — az e rendelet követelményeinek való megfelelés érdekében, alternatív módszer európai közösségi szintű hivatalos elfogadását követően az alternatív módszertől eltérően állatkísérlet felhasználásával igazolták.

(7) Tilos olyan kozmetikai terméket, ideértve a mintapéldányt is, forgalomba hozni, amelynek végső összetételére, illetve egyes összetevőire vagy összetevő kombinációira vonatkozóan az ismételt dózis toxicitással, a reprodukciós toxicitással és a toxikokinetikával kapcsolatos vizsgálatokat az e rendelet követelményeinek való megfelelés érdekében alternatív módszer európai közösségi szintű hivatalos elfogadását követően az alternatív módszertől eltérően állatkísérlet felhasználásával igazolták.”

3. §

Az R. 3. §-a helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„3. § (1) A gyártási tevékenységet a gyártó, illetve meghatalmazott képviselője jelenti be az Állami Népegészségügyi és Tisztiorvosi Szolgálatnak (a továbbiakban: ÁNTSZ) a gyártás helye szerint illetékes városi, fővárosi kerületi intézetéhez (a továbbiakban: városi intézet).

(2) A gyártási tevékenység bejelentése kötelező minden újonnan létesített, bővített, felújított kozmetikai terméket előállító üzem működésének megkezdését megelőzően legalább 30 nappal.

(3) A gyártási tevékenység bejelentésének tartalmaznia kell:

a) a kozmetikai termék gyártójának nevét, székhelyét, a gyártó meghatalmazott képviselőjének nevét és elérhetőségi adatait, illetve a gyártás telephelyének címét,

b) a felelős személy nevét, szakképzettségének, szakmai gyakorlatának okirati igazolását,

c) a gyártandó kozmetikai termék 1. számú melléklet szerinti terméktípusát,

d) a termékinformációs dokumentáció tárolási helyét.

(4) A városi intézet a gyártási tevékenység bejelentésének nyilvántartásba vételéhez kiegészítő adatokat kérhet, illetőleg helyszíni ellenőrzést végezhet, a nyilvántartásba vételről a bejelentőt értesíti.”

4. §

Az R. 4. §-a helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„4. § (1) A gyártó felelős a kozmetikai termék állandó minőségéért és annak tanúsításáért, ennek biztosítása érdekében rendszeresen vizsgálja vagy vizsgáltnia kell a késztermék fizikai, kémiai és mikrobiológiai jellemzőit az alkalmazott minőségbiztosítási rendszernek megfelelően.

(2) A gyártónak a termék forgalomba hozatala előtt meg kell győződnie annak a felhasználó egészségére való ártalmatlanságáról. A gyártó e célból figyelembe veszi az összetevők általános toxikológiai hatását, vegyi összetételét és az expozíció mértékét. Figyelembe veszi annak az alkalmazási területnek a különleges expozíciós jellemzőit, amelyen a terméket alkalmazzák, illetve azt a populációt, amelynek a terméket szánják. Külön értékelésnek kell alávetni a három év alatti gyermekek általi használatra szánt és a kizárólag külső intim higiéniés használatra szánt kozmetikai termékeket. Csak e rendelet előírásainak megfelelő kozmetikai termék hozható forgalomba.

(3) A kozmetikai termék biztonsági értékelését gyógyszerész, toxikológus, orvos (elsősorban bőrgyógyász), vagy ezzel egyenértékű tudományterületen szerzett képesítéssel rendelkező személy végezheti.”

5. §

(1) Az R. 5. §-ának (1) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„5. § (1) A kozmetikai termék gyártója a termék címkéjén jelzett címen az illetékes hatóság számára könnyen hozzáférhető termékinformációs dokumentációban megőrzi:

a) a kozmetikai termék minőségi és mennyiségi összetételét, illat és illatkompozíció esetében nevét és kódszámát, a szállító azonosító adatait,

b) az alapanyagok és a késztermék fizikai, kémiai és mikrobiológiai előírásoknak való megfelelésére vonatkozó adatokat, illetve a termék tisztasági és mikrobiológiai ellenőrzésének szempontjait,

c) a jogszabálynak, illetve a helyes gyártási gyakorlatnak megfelelő gyártási módszert,

d) a kozmetikai termék emberi egészséggel kapcsolatos biztonsági értékelése eredményét, figyelembe véve az összetevők általános toxikológiai hatását, vegyi összetételét és az expozíció mértékét,

e) a biztonsági értékelést végző személy nevét, címét, szakképzettségének okirati igazolását,

f) a kozmetikai termék használatának az emberi egészségre gyakorolt nem kívánatos hatásainak ismert adatait,

g) a kozmetikai termék ígért hatásainak igazolását, ahol azt a hatás, illetve a termék jellege indokolja,

h) a termék, illetve összetevői kifejlesztésére vagy biztonságosságának értékelésére vonatkozóan a gyártó, illetve beszállítója által végzett állatkísérletekkel kapcsolatos adatokat, beleértve az Európai Unió kívüli országok állatvédelmi előírásainak betartásával végzett bármilyen állatkísérletet.”

(2) Az R. 5. §-ának (4) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(4) Amennyiben a kozmetikai termék az Európai Unió területén kívülről származik és az első import helye a Magyar Köztársaság területe, úgy a forgalmazó a forgalomba hozatal előtt tájékoztatja az OÉTI-t az (1) bekezdésben meghatározott adatok rendelkezésre állásának helyéről.”

(3) Az R. 5. §-a a következő (5) és (6) bekezdésekkel egészül ki:

„(5) Az (1) bekezdésben meghatározott, Magyarországon elhelyezett termékinformációs dokumentációnak magyar vagy angol nyelven kell rendelkezésre állnia.

(6) Az (1) bekezdés a) és f) pontja szerinti információkat — az üzleti titok és a szellemi tulajdonhoz fűződő jogok védelmének biztosításával — a nagyközönség számára hozzáférhetővé kell tenni, beleértve az elektronikus módokat is. Az (1) bekezdés a) pontja szerinti mennyiségi információkat a 2. § (5) bekezdés szerinti, osztályozott veszélyes anyagok jegyzékében szereplő anyagok tekintetében kell a nagyközönség számára hozzáférhetővé tenni.”

6. §

Az R. 6. §-ának (1) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„6. § (1) A kozmetikai termék huzamos időn keresztül történő rendszeres, rendeltetésszerű vagy előrelátható ésszerű használata nem veszélyeztetheti és nem károsíthatja a felhasználó egészségét, figyelembe véve különösen a termék külső megjelenítését, címkézését, használati útmutatójának tartalmát, valamint a gyártó, illetve a forgalmazó által közölt egyéb megjegyzést, információt. A figyelemfelhívás a gyártót, illetve forgalmazót nem mentesíti külön jogszabályban meghatározott, az áru biztonságosságával kapcsolatos kötelezettségei alól.”

(2) Az R. 6. §-ának (3)—(7) bekezdése helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„(3) Kozmetikai termékben a 3. számú mellékletben felsorolt hatóanyag csak a megadott határértéken belül, az előírt feltételek betartása mellett, illetve a meghatározott időpontig használható fel.

(4) Kozmetikai termék színezéséhez — kivéve a hajszínezésre és hajfestésre szolgáló színezékeket — a 4. számú mellékletben felsorolt színezék használható fel.

(5) A rendelet hatálya alá nem tartozó anyagokat az 5. számú melléklet tartalmazza.

(6) Kozmetikai termék tartósítószerként kizárólag a 6. számú mellékletben meghatározott anyag használható fel, az előírt határérték és korlátozó feltétel betartásával.

(7) Kozmetikai termékben a 7. számú mellékletben meghatározott ultraibolya sugarakat kiszűrő anyag használható fel, a megadott határértéken belül és feltétel betartásával.”

7. §

(1) Az R. 7. §-ának (2) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(2) A 3—4. és 6—7. számú mellékletekben nem szereplő anyag kozmetikai célú felhasználását a gyártó kérelmére az OÉTI — megkülönböztető jelzés használatának előírásával — engedélyezheti. A kérelmet a 9. számú melléklet szerinti tartalommal kell benyújtani.”

(2) Az R. 7. §-ának (7) bekezdése helyébe következő rendelkezés lép:

„(7) Az OÉTI az engedély kiadásától számított két hónapon belül az engedély szövegét megküldi az Európai Bizottságnak (a továbbiakban: Bizottság) és az Európai Unió többi tagállamának (a továbbiakban: tagállam). A 3 éves periódus lejártát megelőzően az OÉTI — az engedélyezés alapjául szolgáló műszaki dokumentáció benyújtásával — kérheti a Bizottságtól az általa engedélyezett anyagnak a kozmetikai felhasználásra engedélyezett anyagok jegyzékébe történő felvételét.”

8. §

Az R. 9. §-a helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„9. § (1) A kozmetikai termék egyedi csomagolásán jól olvashatóan, közérthetően, egyértelműen és maradandóan fel kell tüntetni:

a) a termék megnevezését, rendeltetését, kivéve ha az egyértelműen kiderül a termék megjelenéséből, a használati útmutatót, amennyiben az indokolt;

b) a gyártó vagy a forgalmazó nevét, székhelyének címét, az Európai Unión kívüli országból származó kozmetikai termék esetében a származási országot. Ezek az adatok feltüntethetők rövidítve vagy védjeggyel, illetve a származási ország esetében jellel és jelöléssel, ha így is egyértelműen lehetséges az azonosítás;

c) a csomagolás idején érvényes névleges tartalmat, tömeg vagy térfogat szerint megadva, kivéve az 5 g, illetve 5 ml alatti termék, az ingyenes minta továbbá az egyszeri felhasználásra szolgáló termék esetében; illetve a darabon-

ként árusított előre kiszerelt termék esetén, ha annak tömege vagy térfogata nem jellemző és a darabszámot a csomagoláson megjelenítik;

d) a gyártási tétel számát vagy az annak azonosítására szolgáló egyértelmű jelölést;

e) a minőségmegőrzés legrövidebb idejét — a 30 hónapot meghaladó minőségmegőrzési idejű kozmetikai termékek kivételével — a következőképpen:

ea) „felhasználható (év/hónap):”, illetve „felhasználható (hónap/év)” dátum feltüntetése vagy

eb) „felhasználható (év/hónap)”, illetve „felhasználható (hónap/év)” utalás a dátum feltüntetési helyére a csomagoláson;

f) a 30 hónapot meghaladó minőségmegőrzési idejű kozmetikai termék esetében azt a — felnyitástól számított — időtartamot kell feltüntetni, amely alatt a termék a fogyasztóra nézve káros következmény nélkül használható. Ezt az információt a 8. számú melléklet B. részében megadott jelkép jelöli, amelyet az időtartam (hónapban vagy évben) követ;

g) ha az szükséges, a minőségmegőrzés szempontjából fontos tárolási körülmények előírását;

h) a termék fogyasztói vagy szakipari felhasználásánál szükséges elővigyázatossági előírásokat, különös tekintettel a 3—4. és a 6—7. számú mellékletekben meghatározott, feltüntetni előírt figyelmeztetésekre;

i) az összetevők felsorolását, melyet az „összetevők” szó előz meg. Ha a termék az összetevőket 1%-nál nagyobb mennyiségben tartalmazza, a hozzáadás időpontjában érvényes tömeg csökkenő sorrendjében kell az összetevőket felsorolni, 1%-nál alacsonyabb érték esetén a sorrend tetszőleges. Illat- vagy aromakompozíció jelenlétére a „parfüm” vagy „aroma” szó használata utal. Fel kell tüntetni az olyan anyagot, amelyre a 3. számú melléklet feltüntetési előírást tartalmaz. A színező anyagok bármely sorrendben feltüntethetők a 4. számú mellékletben meghatározott szín indexszám vagy megnevezés szerint. Azonos termékcsalád több színárnyalatú terméke esetén az összes színező anyag felsorolható, ha a „tartalmazhat” kifejezéssel, illetve „+ /—” jelöléssel kiegészítik a felsorolást. Nem minősül összetevőnek:

ia) a felhasznált nyersanyag szennyeződése,

ib) az előállításnál felhasznált, de a végeredményben jelen nem lévő kiegészítő technikai segédanyag,

ic) az illat- és aromakompozíció oldószereként vagy hordozójaként csak a feltétlenül szükséges mennyiségben felhasznált anyag;

j) a 7. § (2) bekezdése szerinti engedélyben előírt megkülönböztető jelzést,

k) amennyiben a terméket állatokon próbálták ki, annak megjelölését, hogy a kísérletet az összetevőkre vagy a kozmetikai termékre vonatkozóan végezték el.

(2) Idegen nyelvű feliratú kozmetikai terméket magyar nyelvű pótcímkevel kell ellátni. A pótcímke tartalmaz-

nia kell a forgalmazó nevét, címét, a származási országot, továbbá az (1) bekezdés *a), c), e), g), f), h)* és *i)* pontjaiban meghatározottakat.

(3) Amennyiben a termék mérete miatt a tájékoztatás nem helyezhető el az egyedi csomagoláson, az (1) bekezdés *h)* és *i)* pontjaiban meghatározott tájékoztatót külön lapon, kártyán vagy szalagon mellékelni kell, és a vevő számára hozzáférhetően el kell helyezni a termék értékesítésére szolgáló polcon. A felhasználó figyelmét fel kell hívni a terméken a tájékoztatás külön formájára a 8. számú melléklet A) részében meghatározott szimbólummal és szöveggel.

(4) A kozmetikai termék csomagolásán vagy a terméket kísérő dokumentumban, feliraton, címkén, gyűrűn vagy galléron akkor tüntethető fel, hogy a termékkel kapcsolatban állatkísérletek nem folytak, ha a kozmetikai terméket, mintapéldányt, valamint az azok összetevőinek egyikét sem vetették alá állatkísérletnek, illetve nem bíztak meg harmadik személyt az állatkísérlet elvégzésével.”

9. §

Az R. 10. §-a következő (4) és (5) bekezdéssel egészül ki:

„(4) Az OÉTI értesíti a Bizottságot és a többi tagállamot a (2) bekezdés szerinti engedély megadásáról, megjelölve a kérelmező nevét, címét vagy székhelyét, az (1) bekezdés szerinti összetevőt tartalmazó kozmetikai termék nevét és a nyilvántartási számot.

(5) Az OÉTI értesíti a Bizottságot és a többi tagállamot a (1) bekezdés szerinti kérelem elutasításáról, az engedély visszavonásáról, illetve az engedély meghosszabbítása iránti kérelem elutasításáról.”

10. §

(1) Az R. 13. §-ának (4) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(4) Ha az ellenőrzés során az (1) bekezdés *a)* pont szerinti ellenőrző hatóság azt állapítja meg, hogy olyan termék került forgalomba, amely megfelel e rendelet előírásainak, de használata egészségügyi kockázatot jelent a felhasználó számára, úgy erről haladéktalanul értesíti az OÉTI-t. Ha az OÉTI meggyőződik a bejelentés megalapozottságáról az érintett kozmetikai terméknek a Magyar Köztársaság területén történő forgalmazását ideiglenesen megtilthatja vagy feltételekhez kötheti. Erről a döntéséről az OÉTI az okok megjelölésével haladéktalanul értesíti a Bizottságot és a többi tagállamot.”

(2) Az R. 13. §-a a következő új (6) bekezdéssel egészül ki, egyidejűleg a (6) bekezdés számozása (7) bekezdésre változik:

„(6) Amennyiben az 5. § (1) bekezdésében meghatározott termékinformációs dokumentáció a Magyar Köztársaság területén jelzett címen található, úgy annak ellenőrzését az OÉTI végzi.”

11. §

Az R. 14. §-a helyébe a következő rendelkezés lép:

„14. § A kozmetikai termék összetételének vizsgálatához alkalmazandó módszerekről külön jogszabály rendelkezik. A „Kozmetikai Összetevők Nemzetközi Nevezéktanát — International Nomenclature of Cosmetic Ingredient” (a továbbiakban: INCI jegyzék) az egészségügyi, szociális és családügyi miniszter a minisztérium hivatalos lapjában tájékoztató formájában teszi közzé.”

12. §

Az R. 15. §-a (4) bekezdésének *a)* pontja a „2000/41/EK” szövegrészt követően a következő szövegrésszel egészül ki:

[E rendelet a Magyar Köztársaság és az Európai Községek és azok tagállamai közötti társulás létesítéséről szóló, Brüsszelben, 1991. december 16-án aláírt Európai Megállapodás tárgykörében, a Megállapodást kihirdető 1994. évi I. törvény 3. §-ával összhangban, az Európai Községek alább felsorolt irányelveivel összeegyeztethető szabályozást tartalmaz:]

„2002/34/EK, 2003/1/EK, 2003/15/EK, 2003/16/EK, 2003/80/EK, 2003/83/EK”

[irányelvek]

13. §

(1) Az R. 1. számú melléklete helyébe az 1. számú melléklet lép.

(2) Az R. 2. számú melléklete helyébe a 2. számú melléklet lép.

(3) Az R. 3. számú melléklete helyébe a 6. számú melléklet lép.

(4) Az R. 4. számú melléklete helyébe a 3. számú melléklet lép.

(5) Az R. 5. számú melléklete helyébe a 4. számú melléklet lép.

(6) Az R. 6. számú melléklete helyébe a 7. számú melléklet lép.

(7) Az R. 7. számú melléklete helyébe az 5. számú melléklet lép.

(8) Az R. 8., 10. és 11. számú melléklete helyébe a 9. számú melléklet lép.

(9) Az R. 9. számú melléklete helyébe a 8. számú melléklet lép.

14. §

(1) Ez a rendelet, a (2)—(4) bekezdésekben meghatározott kivétellel, a Magyar Köztársaságnak az Európai Unióhoz történő csatlakozásáról szóló nemzetközi szerződést kihirdető törvény hatálybalépésének napján lép hatályba.

(2) Az R. e rendelettel megállapított 2. §-ának (5) bekezdése, 5. §-ának (6) bekezdése, valamint a 3. számú melléklet 1. részének 67—95. pontja 2004. szeptember 11. napján lép hatályba.

(3) Az R. e rendelettel megállapított 2. §-ának (6) bekezdése, valamint 9. §-ának (4) bekezdése 2009. március 11. napján lép hatályba.

(4) Az R. e rendelettel megállapított 2. §-ának (7) bekezdése 2013. március 11. napján lép hatályba.

(5) Az R. 9. §-a (1) bekezdésének *f*) pontja, valamint *i*) pontjának az illat- és aromakompozíció feltüntetésére vonatkozó rendelkezéseit a 2005. március 11. napját követően forgalomba hozott kozmetikai termékekre kell alkalmazni.

(6) E rendelet hatálybalépésével egyidejűleg hatályát veszti az R.

a) 1. §-a (3) bekezdésében a „, , valamint az, aki az árun elhelyezett védjeggyel vagy egyéb megkülönböztető jelzés alkalmazásával önmagát az áru gyártójaként tünteti fel” szövegrész,

b) 1. §-ának (6) bekezdése,

c) 2. §-a (3) bekezdésében a „,vagy egyes részműveletek végzése” szövegrész,

d) 7. § (1) bekezdése,

e) 8. § (1) bekezdésének *a*)—*b*) pontja,

f) 15. §-a (4) bekezdésének *a*) pontjában a „96/335/EK” szövegrész, valamint

g) 15. §-a (4) bekezdésének *e*) pontja.

(7) E rendelet hatálybalépésével egyidejűleg az R.

a) 1. §-a (4) bekezdésében a „külföldről” szövegrész helyébe „az Európai Unió kívüli országból”,

b) 1. §-a (5) bekezdésében a „besorolását” szövegrész helyébe a „felsorolását”,

c) 2. §-a (2) bekezdésében az „5 éves” szövegrész helyébe a „3 éves”,

d) 10. §-a (1) bekezdésében a „10. számú melléklet” szövegrész helyébe a „9. számú melléklet”,

e) 11. §-a (1) bekezdésében a „terápiás” szövegrész helyébe „nem kozmetikai (pl. terápiás hatás)”,

f) 11. §-a (3) bekezdésében a „használati útmutatónak” szövegrész helyébe a „használati útmutatónak, illetve címkézésnek”,

g) 12. §-a (1) bekezdésében a „11. számú melléklet” szövegrész helyébe a „9. számú melléklet” szövegrész lép.

(8) 2004. szeptember 24. napjától a 2. számú melléklet

a) 178. pontjának „4-Benziloxifenol, 4-metoxifenol és 4-etoxifenol” szövegrésze helyébe a „4-Benziloxifenol és 4-etoxifenol” szövegrész lép,

b) 411. pontjának „Szekunder dialkanolaminok” szövegrésze helyébe a „Szekunder alkil- és alkanolaminok és sóik” szövegrész lép,

c) 382. Benzoil peroxid pontja hatályát veszti.

(9) 2004. szeptember 24. napjától a 3. számú melléklet 1. részének

a) 60. pontjában a „zsírsav dialkanolamidok” szövegrész helyébe a „zsírsav dialkilamidok és dialkanolamidok” szövegrész lép,

b) 61. pontjában a „monoalkanolaminok” szövegrész helyébe a „monoalkilaminok, monoalkanolaminok és sóik” szövegrész, a „szekunder alkanolamin” szövegrész helyébe a „szekunder amin” szövegrész lép,

c) 62. pontjában a „trialkanolaminok” szövegrész helyébe a „trialkilaminok, trialkanolaminok és sóik” szövegrész, a „szekunder alkanolamin” szövegrész helyébe a „szekunder amin” szövegrész lép.

(10) A (8) és (9) bekezdés rendelkezéseit a 2005. március 24. napját követően forgalomba kerülő kozmetikai termékekre kell alkalmazni azzal, hogy 2005. szeptember 24-én a (8) és (9) bekezdés rendelkezéseinek meg nem felelő kozmetikai termékeket a forgalomból ki kell vonni.

Dr. Vojnik Mária s. k.,
egészségügyi, szociális és családügyi minisztériumi
politikai államtitkár

1. számú melléklet
az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„1. számú melléklet
a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Kozmetikai termékek rendeltetés szerinti főbb csoportjai

1. Bőrrel (kéz, arc, láb stb.) érintkező krémek, emulziók, tonikok, gélek, olajok.
2. Arcmaszkok (a hámlasztó termékek kivételével).
3. Színezett alapozók (folyadék, paszta, púder).
4. Hintőporok, púderok (higiénés, fürdés utáni, make-up).
5. Szappanok (toalett, dezodoráló stb.).
6. Parfümök, toalettvizek, kölnik.
7. Fürdő- és tusoló termékek (sók, habok, olajok, gélek stb.).
8. Szőrtelenítők.
9. Dezodoráló, izzadásgátló termékek.

10. Hajkezelő és hajápoló termékek:
 - színezők, festékek, világosítók,
 - hullámosítók, kiegyenesítők, fixálók,
 - tartós hullámhoz használandó termékek,
 - tisztítók (lotion, sampon, púder),
 - kondicionálók (lotion, krém, olaj),
 - fodrászati termékek (lotion, lakk, brillantin).
11. Borotválkozó termékek (krém, hab, lotion stb.).
12. Sminkelő és sminkeltávolító termékek az arcról, szemkörnyékről.
13. Ajakápoló, ajakdíszítő termékek.
14. Fog- és szájjápoló termékek.
15. Körömápolók, körömdíszítők.
16. Külső intim higiénés termékek.
17. Napozáshoz használatos termékek.
18. Napfény nélküli önbarnítók.
19. Bőrfehéřítő termékek.
20. Ránckisimítók.”

2. számú melléklet

az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„2. számú melléklet

a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Kozmetikai termék gyártásához fel nem használható anyagok, vegyületek

1. N-5-Chlorobenzoxazol-2-il acetamid
2. 2-Acetoxietiltrimetilammonium hydroxid (acetilko-
lin) és sói
3. Deanol aceglumát*
4. Spironolacton*
5. [4-(4-Hydroxi-3-jodofenoxi)-3,5-dijodofenil] ecet-
sav és sói
6. Methotrexat*
7. Aminokapron sav* és sói
8. Cinkofen* és sói, származékai és ezen származékok
sói
9. Thyropropic sav* és sói
10. Triklór ecetsav
11. *Aconitum napellus* L. (levelek, gyökök és galenusi
készítmények)
12. Akonitin (az *Aconitum napellus* L. fő alkaloidja) és
sói
13. *Adonis vernalis* L. és készítményei
14. Epinefrin*
15. *Rauwolfia serpentina* alkaloidok és sói
16. Alkin-alkoholok, észterek, éterek és sóik
17. Izoprenalin*
18. Allil isotiocianát

19. Alloclamid* és sói
20. Nalorfin*, sói és étereik
21. A központi idegrendszerre ható szimpatikomimeti-
kus aminok: bármely anyag, amely a gyógyszerek azon első
listájában szerepel, amelyek orvosi vény kötelesek, és ame-
lyekre az Európa Tanács AP(69)2 határozata hivatkozik
22. Anilin és sói, valamint halogénezett és szulfonált
származékai
23. Betoxicain* és sói
24. Zoxazolamin*
25. Prokainamid*, sói és származékai
26. Benzidin
27. Tuaminoheptan*, izomerjei és sói
28. Octodrin* és sói
29. 2-Amino-1,2-bis (4-methoxifenil) etanol és sói
30. 1,3-dimetilpentilamin és sói
31. 4-Amino-szalicilsav és sói
32. Toluidinek, izomerjeik, sóik és halogénezett, vala-
mint szulfonált származékai
33. Xylidinek, izomerjeik, sóik és halogénezett vala-
mint szulfonált származékai
34. Imperatorin [9-(3-methoxilbut-2-eniloxi) furo
[3,2-g] chromen-7-on)
35. *Ammi majus* és *galenusi készítményei*
36. 2,3-Diklór-2-metilbutan
37. Androgén hatással rendelkező anyagok
38. Antracén olaj
39. Antibiotikumok
40. Antimon és vegyületei
41. *Apocynum cannabinum* L. és készítményei
42. Apomorfin (R 5,6,6a, 7-tetrahidro-6-metil-4H-di-
benzo [de,g] -kinolin-10,11-diol) és sói
43. Arzén és vegyületei
44. *Atropa belladonna* L. és készítményei
45. Atropin, sói és származékai
46. Bárium-sók, a bárium-szulfát, bárium-szulfid kivéte-
lével a 3. sz. melléklet 1. részben lefektetett feltételek
mellett, valamint azon lakkok, sók és festékanyagok, ame-
lyek a 3. sz. melléklet 2. rész (5) megjegyzés szerinti szí-
nezőanyagokból készülnek.
47. Benzol
48. Benzimidazol-2(3H)-on
49. Benzazepinek és benzodiazepinek
50. 1-Dimetilaminomethyl-1-methylpropil benzoát
(amilocain) és sói
51. 2,2,6-Trimethyl-4-piperidil benzoát (benzamin) és sói
52. Isocarboxazid*
53. Bendroflumethiazid* és származékai
54. Berillium és vegyületei
55. Elemi bróm
56. Bretilium tosilat*
57. Carbromal*

* Ebben a mellékletben a csillaggal jelzett nevek közlésre kerültek a Gyógyszeripari Termékek Nemzetközi Nem Védjegyzett Nevek (INN), Javasolt Nemzetközi Nem Védjegyzett Nevek 1—33 listán, WHO, Genf, 1975. augusztus.

58. Bromisoval*
59. Brompheniramin* és sói
60. Benzilonium bromid*
61. Tetrilammonium bromid*
62. Brucin
63. Tetracain* és sói
64. Mofebutazon*
65. Tolbutamid*
66. Karbutamid*
67. Fenilbutazon*
68. Kadmium és vegyületei
69. Kantaridek, *Cantharis vesicatoria*
70. (1R, 2S)-Hexahidro-1,2-dimetil-3,6-epoxiftálsav-anhidrid (cantharidin)
71. Phenprobat*²
72. Karbazol nitro származékai
73. Széndiszulfid
74. Kataláz
75. Kefalin és sói
76. *Chenopodium ambrosioides* (esszenciális olaj)
77. 2,2,2-Triklóretán-1,1-diol
78. Klór
79. Klórpropamid*
80. Difenoxilát* hidroklorid
81. 2-Fenilazofenilén-1,3-diamin citrát hidroklorid (krizoidin citrát hidroklorid)
82. Chlorzoxazon*
83. 2-Chloro-6-methylpirimidin-4-ildimetilamin (crimidin-ISO)
84. Chlorprothixen* és sói
85. Clofenamid*
86. *N,N*-bis (2-klóretil) metilamin *N*-oxid és sói
87. Klórmetin* és sói
88. Ciklofoszfamid* és sói
89. Mannomustin* és sói
90. Butanilicain* és sói
91. Klórmezanon*
92. Triparanol*
93. 2-[2 (4-Klorofenil)-2-fenilacetil] indane- 1,3-dion (chlorophacinon-ISO)
94. Klórfenoxamin*
95. 2-[2-(4-Klorofenil)-2-fenilacetil] indan 1,3-dion (chlorophacinon-ISO)
96. Klóretán
97. Króm; krómsav és sói
98. *Claviceps purpurea Tul.*, alkaloidjai és galenusi készítményei
99. *Conium maculatum L.* (gyömolcs, por, galenusi készítmények)
100. Gliciclamid*
101. Kobalt benzol-szulfonát
102. Kolchicin, sói és származékai
103. Colchicosid és származékai
104. *Colchicum autumnale L.* és galenusi készítményei
105. Convallatoxin
106. *Anamirta cocculus L.* (gyömolcs)
107. *Croton tiglium* (olaj)
108. 1-Butil-3-(*N*-crotonoil szulfanilil) karbamid
109. Kurare és kurarin
110. Szintetikus kurarizálók
111. Hidrogécianid és sói
112. 2- α -Ciklohexilbenzil (*N,N,N',N'*-tetraetil) trimetiléndiamin (fenetamin)
113. Ciklomenol* és sói
114. Nátrium hexaciklonát*
115. Hexapropimát*
116. Dextropropoxiphen*
117. O,O'-diacetil-*N*-allil-*N*-normorfin
118. Pipazetát* és sói
119. 5-(α , β -Dibrómfenetil)-5-metilhidantoin
120. *N,N'*-Pentametilén-bis (trimetilammónium sók), pl. pentametónium bromid*
121. *N,N'*-[metilimino] dietilén] bis(etildimetilammónium) sók, pl. azametonium bromid*
122. Ciclarbamat*
123. Clofenotan*; DDT (ISO)
124. *N,N'*-Hexametilén-bis (trimetilammonium) sók, pl. hexamethonium bromid*
125. Diklóretánok (etilénkloridok)
126. Diklóretilének (acetilén kloridok)
127. Lisergid* és sói
128. 2-Dietilamino-etil-3-hidroxi-4-fenilbenzoát és sói
129. Cinkokain* és sói
130. 3-Dietilaminopropil cinnamát
131. O,O'-Dietil O-4-nitrofenil phosphorothioát (parathion-ISO)
132. (Oxalilbisiminoetilén) bis [(o-klórbenzil) dietilammónium sók], pl. ambenomium klorid
133. Methiprilon* és sói
134. Digitalin és a *Digitalis purpurea L.* valamennyi heterozidje
135. 7-[2-Hidroxi-3-[(2-hidroxietyl-*N*-metilamino) propil] teophillin (xantinol)
136. Dioxetedin* és sói
137. Piprocurarium*
138. Propifenazon*
139. Tetrabenazin* és sói
140. Captodiam*
141. Mefeklorazin* és sói
142. Dimetilamin
143. 1,1-Bis(dimetilaminometil)propil benzoát (amidrikain, alipin) és sói
144. Methapirilen* és sói
145. Metamfepramon* és sói
146. Amitriptilin* és sói
147. Metformin* és sói
148. Isosorbid dinitrát*
149. Malononitril
150. Succinonitril
151. Dinitrofenol isomerek
152. Inproquon*
153. Dimevamid* és sói

154. Difenilpiralin és sói
 155. Sulfinpirazon*
 156. *N*-(3-Karbamoil-3,3-difenilpropil)-*N,N*-diisopropilmetilammonium sók, pl. isopropamid jodid*
 157. Benactizin*
 158. Benzatropin* és sói
 159. Ciclizin* és sói
 160. 5,5-diphenil-4-imidazolidon
 161. Probenecid*
 162. Disulfiram*; thiram (ISO)
 163. Emetin, sói és származékai
 164. Efedrin és sói
 165. Oxanamid* és származékai
 166. Eserin vagy physostigmin és sói
 167. A 4-aminobenzoic sav észterei, szabad aminosóporttal
 168. Cholin sók és észterei, pl. choline klorid
 169. Caramifen* és sói
 170. Dietil 4-nitrofenil foszfát
 171. Metetoheptazin* és sói
 172. Oxfeneridin* és sói
 173. Etoheptazin* és sói
 174. Metheptazin* és sói
 175. Metilfenidat* és sói
 176. Doxilamin* és sói
 177. Tolboxan*
 178. 4-Benziloxifenol, 4-metoxifenol és 4-etoxifenol
 179. Paretoxikain* és sói
 180. Fenozolon*
 181. Glutetimid* és sói
 182. Etilén oxid
 183. Bemegrid* és sói
 184. Valnoctamid*
 185. Haloperidol*
 186. Parametazon*
 187. Fluanizon*
 188. Trifluoperidol*
 189. Fluorezon*
 190. Fluorouracil*
 191. Hidrofluorsav, normál sói, komplexei és hidrofluoridjai, azok kivételével, amelyeket a 3. sz. melléklet 1. rész megad
 192. Furfuriltrimetilammonium sók, pl. furtrethonium jodid*
 193. Galantamin*
 194. Progestogének
 195. 1,2,3,4,5,6-Hexaklorociklohexán (BHC-ISO)
 196. (1*R*, 4*S*, 5*R*, 8*S*)-1,2,3,4,10,10-Hexakloro-6,7-epoxi-1,4,4a,5,6,7,8,8a-oktahidro-1,4,5,8-dimetanonaftalin (endrin-ISO)
 197. Hexaklóretán
 198. (1*R*, 4*S*, 5*R*, 8*S*)-1,2,3,4,10,10-Hexakloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahidro-1,4:5,8-dimetanonaftalin (isodrin-ISO)
 199. Hidrastin, hidrastinin és azok sói
 200. Hidrazidok és sóik
 201. Hidrazin, származékai és sóik
 202. Octamoxin* és sói
 203. Warfarin* és sói
 204. Etil bis(4-hidroxi-2-oxo-1-benzopiran-3-il) acetát és a sav sói
 205. Methokarbamol*
 206. Propatilnitrát*
 207. 4,4'-Dihidroxi-3,3'-(3-metiltiopropilidén) dikumarin
 208. Fenadiazol*
 209. Nitroxolin és sói
 210. Hiosciamin, sói és származékai
 211. *Hyoscyamus niger* L. (levelek, magvak, por és galenusi készítmények)
 212. Pemolin* és sói
 213. Jód
 214. Decametilenebis (trimetilammonium) sók, például decamethonium bromid
 215. Ipecacuana (*Cephaelis ipecacuanha* Brot. és rokon fajok) (gyökerek, por és galenusi készítmények)
 216. (2-Isopropilpent-4-enil)urea (apronalid)
 217. α -Santonin (3*S*,5*aR*, 9*bS*)-3,3a,4,5,5a,9b-hexahidro-3,5a,9-trimetilnafto (1,2-b)furan-2,8-dion
 218. *Lobelia inflata* L. és galenusi készítményei
 219. Lobelin* és sói
 220. Barbiturátok
 221. Higany és vegyületei, azon speciális esetek kivételével, amelyeket a 6. sz. melléklet 1. rész tartalmaz
 222. 3,4,5-Trimetoxifenetilamin és sói
 223. Metaldehid
 224. 2-(4-Alil-2-metoxifenoxi)-*N,N*-dietilacetamid és sói
 225. Coumetarol*
 226. Dextrometorfan* és sói
 227. 2-metilheptilamin és sói
 228. Isometepten* és sói
 229. Mecamilamin*
 230. Guaifenesin*
 231. Dikumarol*
 232. Phenmetrazin*, származékai és sói
 233. Thiamazol*
 234. 3,4-Dihidro-2-metoxi-3-metil-4-fenil-2*H*,5*H*, pira-no[3,2-*c*]-[1] benzopiran-5-on (ciklokumarol)
 235. Carisoprodol*
 236. Meprobamat*
 237. Tefazolin* és sói
 238. Arecolin
 239. Poldin metilszulfát*
 240. Hidroxizin*
 241. 2-Naftol
 242. 1- és 2-Naftilaminok és sóik
 243. 3-(1-Naftil)-4-hidroxikumarin
 244. Nafazolin* és sói
 245. Neostigmin és sói (Pl. neostigmin bromid*)
 246. Nikotin és sói
 247. Amilnitrtek

248. Szervetlen nitrtek, a nátriumnirit kivételével
 249. Nitrobenzol
 250. Nitrokresolok és alkáli fém sóik
 251. Nitrofurantoin*
 252. Furazolidon*
 253. Propan-1,2,3-triil trinitrát
 254. Acenocumarol*
 255. Alkáli pentacianonitrozilferrat (2-)
 256. Nitrostilbének, homológjaik és származékaik
 257. Noradrenalin és sói
 258. Noscapin* és sói
 259. Guanethidin* és sói
 260. Ösztrogének
 261. Oleandrin
 262. Klortalidon*
 263. Pelletierin és sói
 264. Pentaklóretán
 265. Pentaeritritil tetranitrát*
 266. Petriklorál*
 267. Oktamilamin* és sói
 268. Pikrinsav
 269. Phenacemid
 270. Difendoxazin*
 271. 2-Fenilindán-1,3-dion (fenindion)
 272. Etilfenacemid*
 273. Fenprocoumon*
 274. Feniramidol*
 275. Triamteren és sói
 276. Tetraetil pirofoszfát, TEPP (ISO)
 277. Tritolil foszfát
 278. Psilocibin*
 279. Foszfór és fémfoszfidok
 280. Thalidomid* és sói
 281. *Physostigma venenosum* Balf.
 282. Picrotoxin
 283. Pilocarpine és sói
 284. α -Piperidin-2-il benzil acetát balra forgató formá-
 ja (levophacetoperane) és sói
 285. Pipradrol* és sói
 286. Azaciklonol* és sói
 287. Bietamiverin*
 288. Butopiprin* és sói
 289. Ólom és vegyületei, a 3. sz. melléklet 55. referen-
 cia szám alatt említett kivételével, a jelölt feltételek mellett
 290. Coniine
 291. *Prunus laurocerasus* L. („cseresznyebabér víz”)
 292. Metirapon*
 293. A 96/29/Euratom¹ irányelvben meghatározott ra-
 dioaktív anyagok
 Az irányelv a dolgozók és a lakosság egészségének vé-
 delme érdekében alapvető biztonsági szabályokat fektet le
 az ionizáló sugárzásból származó veszélyekkel szemben
294. *Juniperus sabina* L. (levelek, esszenciális olaj és
 galenusi készítmények)
 295. Hioscin, sói és származékai
 296. Arany sók
 297. Szelénium és vegyületei, a szelénium diszulfid ki-
 vételével a 3. sz. melléklet 1. rész 49. referencia szám alatt
 említett feltételek mellett
 298. *Solanum nigrum* L. és galenusi készítményei
 299. Spartein és sói
 300. Glucocorticoidok
 301. *Datura stramonium* L. és galenusi készítményeik
 302. Strophantinok, aglukonátjaik és megfelelő szár-
 mazékaik
 303. *Strophantus* species és galenusi készítményeik
 304. Strychnin és sói
 305. *Strychnos* species és galenusi készítményeik
 306. Narkotikumok, természetesek és szintetikusak:
 A New York-ban 1961. március 30-án aláírt, az altatószere-
 kre vonatkozó egységes Konvenció I. és II. táblázatában
 felsorolt valamennyi anyag.
 307. Sulfonamidok (sulfanilamid és származékai . . .) és
 sóik, melyeket az aminocsoportok egy vagy több hidrogén-
 atomjának szubsztitúciójával nyernek) és sóik
 308. Sultiam*
 309. Neodimium és sói
 310. Thiotepa*
 311. *Pilocarpus jaborandi* Holmes és galenusi készítmé-
 nyei
 312. Tellurium és készítményei
 313. Xilometazolin* és sói
 314. Tetraklóretilén
 315. Szén tetraklorid
 316. Hexaetil tetrafoszfát
 317. Tallium és vegyületei
 318. *Thevetia neriifolia* Juss. glycosid kivonat
 319. Ethionamid*
 320. Fenothiazin* és vegyületei
 321. Thiourea és származékai, a 3. sz. melléklet 1. rész-
 ben említett kivétellel
 322. Mephesisin* és észterei
 323. Azon vakcinák, mérgek és szérumok, amelyeket az
 1975. május 20-i, a védjegyzett orvosi termékekkel kap-
 csolatos, törvényben, rendeletben vagy adminisztratív in-
 tézkedésben lefektetett előírások közelítésére vonatkozó
 második Tanácsi Direktíva melléklete felsorol (OJ No L
 147, 9.6.1975, p.13)
 324. Tranilcipromin* és sói
 325. Triklornitrometán (klórpiprin)
 326. 2,2,2-tribromoetanol (tribromoetil alkohol)
 327. Triklormetin* és sói
 328. Tretamin*
 329. Gallamin triethjodid*
 330. *Urginea scilla* Stern. és galenusi készítményei
 331. Veratrin, sói és galenusi készítményei

¹ OJ L 159, 29.6.1996, p.1.

332. *Schoenocaulon officinale* Lind. (magvak és gale-nusi készítmények)
333. *Veratrum Spp.* és készítményei
334. Vinilklorid monomer
335. Ergocalciferol* és cholecalciferol (vitamin D₂ és D₃)
336. *O*-alkildithiokarbonsav sói
337. Johimbin és sói
338. Dimetil szulfoxid*
339. Difenhidramin* és sói
340. 4-tert-Butilfenol
341. 4-tert-Butilpyrocatechol
342. Dihidrotachisterol*
343. Dioxan
344. Morfolin és sói
345. *Pyrethrum album* L. és galenusi készítményei
346. 2-[4-Methoxibenzil-*N*-(2-piridil) amino] etildime-tilamin maleat
347. Tripelennamin*
348. Tetraklórszalicilanilidok
349. Diklórszalicilanilidok
350. Tetrabromszalicilanilidok
351. Dibrómszalicilanilidok
352. Bithionol*
353. Thiuram monoszulfidok
354. Thiuram diszulfidok
355. Dimetilformamid
356. 4-fenilbut-3-en-2-on
357. A 4-hidroxi-3-methoxycinnamil alkohol benzoát-jai, kivéve a felhasznált természetes esszenciák normális tartalma
358. Furocumarinok (pl. trioxisalan*, 8-methoxipsoralen, 5-methoxipsoralen) kivéve a felhasznált természetes esszenciák normális tartalma. A napvédő és barnító készítményekben a furocumarinoknak 1 mg/kg alatt kell lennie
359. *Laurus nobilis* L. magvakból származó olaj
360. Safrol, kivéve a felhasznált természetes esszenciák normális tartalma, feltéve, hogy a koncentráció nem haladja meg az alábbi értékeket:
- 100 ppm a végtermékben, 50 ppm a szájhygiénés és fogápolási termékekben,
- és feltéve, hogy a safrol nincs jelen a speciálisan gyermekeknek szánt fogkrémekben
361. 5,5'-Di-isopropil-2,2'-dimetilbifenil-4,4'-diil dihi-pojodit
362. 3'-Etil-5',6',7',8'-tetrahidro-5',5', 8',8'-tetrametil-2'-acetonafon vagy 7-acetil-6-etil-1,1,4,4-tetrametil-1,2,3,4-tetrahidronaftalen
363. *O*-feniléndiamin és sói
364. 4-metil-*m*-feniléndiamin és sói
365. Aristolochic sav és sói; *Aristolochia* spp. és készítményei
366. Kloroform
367. 2,3,7,8-Tetraklorodibenzo-p-dioxin
368. 2,6-Dimetil-1,3-dioxan-4-il acetát (Dimethoxan)
369. Pyrithion nátrium (INN)
370. *N*-(Trichlorometiltio)-4-ciklohexén-1,2-dikarboximid (Captan)
371. 2,2'-Dihidroxi-3,3',5,5',6,6'-hexakloridifenilmetán (hexaklorofén)
372. 6-(Piperidinil)-2,4-pirimidindiamin-3-oxid (minoxidil) és sói
373. 3,4',5-Tribromoszalicilanilid
374. *Phytolacca Spp.* és készítményei
375. Tretinoin* (retin sav és sói)
376. 1-Methoxi-2,4-diaminobenzén (2,4-diaminoanisol-CI 76050) és sói
377. 1-Methoxi-2,5-diaminobenzén (2,5-diaminoanisol) és sói
378. Színezőanyag CI 12140
379. Színezőanyag CI 26105
380. Színezőanyag CI 42555
- Színezőanyag CI 42555—1
- Színezőanyag CI 42555—2
381. Amil 4-dimetilaminobenzoát, kevert izomerek [Padimat A (INN)]
382. Benzoil peroxid
383. 2-Amino-4-nitrofenol
384. 2-Amino-5-nitrofenol
385. 1- α -Hidroxipregn-4-ene-3,20-dion és észterei
386. Színezőanyag CI 42640
387. Színezőanyag CI 13065
388. Színezőanyag CI 42535
389. Színezőanyag CI 61554
390. Szteroid szerkezettel rendelkező antiandrogének
391. Cirkónium és vegyületei a 3. sz. melléklet 1. részben az 50. referencia szám alatt ismertetett komplexek kivételével, valamint a cirkónium lakkok, sók és színezőanyagok festékeinek kivételével, amelyek az 4. sz. melléklet 3. referencia szám alatt kerülnek felsorolásra
392. —
393. Acetonitril
394. Tetrahidrozolin és sói
395. Hidroxi-8-quinolin és szulfátja, kivéve azon felhasználások céljából, amelyeket a 3. sz. melléklet 1. rész 51. referencia szám alatt tartalmaz
396. Dithio-2,2-bispiridin-dioxid 1,1' (hozzáadott trihidrált magnéziumsulfáttal)-(pirithion diszulfid + magnézium-sulfát)
397. Színezőanyag CI 12075 és lakkjai, festékanyagai és sói
398. Színezőanyag CI 45170 és CI 45170:1
399. Lidocain
400. 1,2-Epoxibután
401. Színezőanyag CI 15585
402. Stroncium lactat
403. Stroncium nitrát
404. Stroncium polikarboxilát

- 405. Pramocain
- 406. 4-etoxi-m-fenilenediamin és sói
- 407. 2,4-diaminofeniletanol és sói
- 408. Catechol
- 409. Pyrogallol
- 410. Nitrozaminok
- 411. Szekunder dialkanolaminok
- 412. 4-Amino-2-nitrofenol
- 413. 2-Metil-m-fenilendiamin
- 414. 4-tert-Butil-3-metoxi-2,6-dinitrotolueol (pézsmambrette)

415. —

- 416. Emberi eredetű sejtek, szövetek és termékek
- 417. 3,3-Bis(4-hidroxifenil)phthalid (Phenolphthalein*)
- 418. 3-Imidazol-4-ilacril sav és etilésztere (urokán sav)
- 419. Az Európai Parlament és Tanács 999/2001 (EK) rendeletének 22(1) Cikkében¹ meghatározott időponttól számítva a rendelet V. Mellékletében meghatározott, kockázatot jelentő anyagok és a belőlük származó összetevők.

A fenti időpontig a 999/2001 (EK) rendelet XI. Mellékletének A részében meghatározott, kockázatot jelentő anyagok és a belőlük származó összetevők

Faggyú származékok azonban használhatók, amennyiben az alábbi módszereket alkalmazták és ezt a gyártó szabályosan tanúsítja:

— transzéterezés vagy hidrolízis legalább 200 °C-on és ennek megfelelő nyomáson, 20 percen keresztül (glicerin, zsírsavak és zsírsav észterek),

— elszappanosítás 12M NaOH-dal (glicerin és szappan),

= tételgyártás: 95 °C-on 3 órán át, vagy

= folyamatos gyártás: 140 °C-on, 2 bar (2 000 hPa) nyomás alatt 8 percen át vagy ezzel egyenlő körülmények

- 420. Nyers és finomított szénkátrányok
- 421. 1,1,3,3,5-Pentametil-4,6-dinitroindan (moskene)
- 422. 5-tert-Butil-1,2,3-trimetil-4,6-dinitrobenzol (musk tibetene)

423. Alan (örvény) gyökér olaj (Inula helenium) (CAS szám 97676—35—2), illatanyag-összetevőként történő alkalmazása esetén

424. Benzil cianid (CAS szám 140—29—4), illatanyag-összetevőként történő alkalmazása esetén

425. Ciklamen alkohol (CAS szám 4756—19—8), illatanyag-összetevőként történő alkalmazása esetén

426. Dietil maleát (CAS szám 141—05—9), illatanyag-összetevőként történő alkalmazása esetén

427. Dihidrokumarin (CAS szám 119—84—6), illatkompozíció alkotórészeként

428. 2,4-Dihidrox-3-metilbenzaldehyd (CAS szám 6248—20—0), illatkompozíció alkotórészeként

429. 3,7-Dimetil-2-oktén-1-ol (6,7-Dihidrogeraniol) (CAS szám 40607—48—5), illatkompozíció alkotórészeként

430. 4,6-Dimetil-8-tert-butilkumarin (CAS szám 17874—34—9), illatkompozíció alkotórészeként

431. Dimetil citrakonát (CAS szám 617—54—9), illatkompozíció alkotórészeként

432. 7,11-Dimetil-4,6,10-dodekatrién-3-on (CAS szám 26651—96—7), illatkompozíció alkotórészeként

433. 6,10-Dimetil-3,5,9-undekatrién-2-on (CAS szám 141—10—6), illatkompozíció alkotórészeként

434. Difenilamin (CAS szám 122—39—4), illatkompozíció alkotórészeként

435. Etilakrilát (CAS szám 140—88—5), illatkompozíció alkotórészeként

436. Füge levél abszolútum (Ficus carica) (CAS szám 68916—52—9), illatkompozíció alkotórészeként

437. *transz*-2-Heptenal (CAS szám 18829—55—5), illatkompozíció alkotórészeként

438. *transz*-2-Hexenal dietil acetal (CAS szám 67746—30—9), illatkompozíció alkotórészeként

439. *transz*-2-Hexenal dimetil acetal (CAS szám 18318—83—7), illatkompozíció alkotórészeként

440. Hidroabietil alkohol (CAS szám 13393—93—6), illatkompozíció alkotórészeként

441. 6-Izopropil-2-dekahidro-naftalenol (CAS szám 34131—99—2), illatkompozíció alkotórészeként

442. 7-Metoxi-kumarin (CAS szám 531—59—9), illatkompozíció alkotórészeként

443. 4-(4-Metoxifenil)-3-butén-2-on (CAS szám 943—88—4), illatkompozíció alkotórészeként

444. 1-(4-Metoxifenil)-1-pentén-3-on (CAS szám 104—27—8), illatkompozíció alkotórészeként

445. Metil *transz*-2-butenoát (CAS szám 623—43—8), illatkompozíció alkotórészeként

446. 7-Metilkumarin (CAS szám 2445—83—2), illatkompozíció alkotórészeként

447. 5-Metil-2,3-hexándion (CAS szám 13706—86—0), illatkompozíció alkotórészeként

448. 2-Pentilidenciklohexanon (CAS szám 25677—40—1), illatkompozíció alkotórészeként

449. 3,6,10-Trimetil-3,5,9-undekatrién-2-on (CAS szám 1117—41—5), illatkompozíció alkotórészeként

450. Verbéna olaj (*Lippia citriodora* Kunth.) (8024—12—2), illatkompozíció alkotórészeként

451. Metileugenol (CAS szám 93—15—2), kivéve a felhasznált természetes esszencia normális tartalma, feltéve, hogy a koncentráció nem haladja meg:

a) 0,01% illatszerekben

b) 0,004% kölnivízben

c) 0,002% illatkrémekben

d) 0,001% leöblíthető készítményekben

e) 0,0002% egyéb bőrön maradó készítményekben és a szájhigiénés készítményekben.”

¹ OJ L 147, 31.5.2001, p.1.

3. számú melléklet az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„4. számú melléklet a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Kozmetikai termékben felhasználható színezékek (1)

	Szín indexszám	Szín	Alkalmazási terület				Egyéb korlátozások és követelmények
			1	2	3	4	
1	10006	zöld				x	
2	10020	zöld			x		
3	10316 (3)	sárga		x			
4	11680	sárga			x		
5	11710	sárga			x		
6	11725	narancs				x	
7	11920	narancs	x				
8	12010	piros			x		
9	12085 (3)	piros	x				max. koncentráció 3% a végtermékben
10	12120	piros				x	
11	12150	piros	x				
12	12370	piros				x	
13	12420	piros				x	
14	12480	barna				x	
15	12490	piros	x				
16	12700	sárga				x	
17	13015	sárga	x				E 105
18	14270	narancs	x				E 103
19	14700	piros	x				
20	14720	piros	x				E 122
21	14815	piros	x				E 125
22	15510 (3)	narancs		x			
23	15525	piros	x				
24	15580	piros	x				
25	15620	piros				x	
26	15630 (3)	piros	x				max. koncentráció 3% a végtermékben
27	15800	piros			x		
28	15850 (3)	piros	x				
29	15865 (3)	piros	x				
30	15880	piros	x				
31	15980	narancs	x				E 111
32	15985 (3)	sárga	x				E 110
33	16035	piros	x				
34	16185	piros	x				E 123
35	16230	narancs			x		
36	16255 (3)	piros	x				E 124
37	16290	piros	x				E 126
38	17200 (3)	piros	x				
39	18050	piros			x		
40	18130	piros				x	
41	18690	sárga				x	
42	18736	piros				x	
43	18820	sárga				x	

	Szín indexszám	Szín	Alkalmazási terület				Egyéb korlátozások és követelmények
			1	2	3	4	
44	18965	sárga	x				
45	19140 (3)	sárga	x				E 102
46	20040	sárga				x	a 3,3'-dimetilbenzidin max. koncentrációja 5 ppm a színezékben
47	20170	narancs			x		
48	20470	fekete				x	
49	21100	sárga				x	a 3,3'-dimetilbenzidin max. koncentrációja 5 ppm a színezékben
50	21108	sárga				x	ua.
51	21230	sárga			x		
52	24790	piros				x	
53	26100	piros			x		tisztasági kritérium: anilin ≤ 0,2% 2-naftol ≤ 0,2% 4-aminobenzén ≤ 0,1% 1-(fenilazo)-2-naftol ≤ 3% 1-[2-(fenilazo)fenilazo]-2-naftalenol ≤ 2%
54	27290 (3)	piros				x	
55	27755	fekete	x				E 152
56	28440	fekete	x				E 151
57	40215	narancs			x		
58	40800	narancs	x				
59	40820	narancs	x				E 160 e
60	40825	narancs	x				E 160 f
61	40850	narancs	x				E 161 g
62	42045	kék			x		
63	42051 (3)	kék	x				E 131
64	42053	zöld	x				
65	42080	kék				x	
66	42090	kék	x				
67	42100	zöld				x	
68	42170	zöld				x	
69	42510	ibolya			x		
70	42520	ibolya				x	max. koncentráció 5 ppm a végtermékben
71	42735	kék			x		
72	44045	kék			x		
73	44090	zöld	x				E 142
74	45100	piros				x	
75	45190	ibolya				x	
76	45220	piros				x	
77	45350	sárga	x				max. koncentráció 6% a végtermékben
78	45370 (3)	narancs	x				nem több mint 1% 2-(6-hidroxi-3-oxo-3H-xantén-9-il)benzoésav és 2% 2-(bróm-6-hidroxi-3-oxo-3H-xantén-9-il)benzoésav
79	45380 (3)	piros	x				ua. mint az előző
80	45396	narancs	x				szájrúzsban használva az engedélyezett max. koncentráció 1% szabad sav formában
81	45405	piros		x			nem több mint 1% 2-(6-hidroxi-3-oxo-3H-xantén-9-il)benzoésav és 2% 2-(bróm-6-hidroxi-3-oxo-3H-xantén-9-il)benzoésav
82	45410 (3)	piros	x				ua. mint az előző
83	45425	piros	x				nem több mint 1% 2-(6-hidroxi-3-oxo-3H-xantén-9-il)benzoésav és 3% 2-(jód -6-hidroxi-3-oxo-3H-xantén-9-il)benzoésav
84	45430 (3)	piros	x				E 127 ua. mint az előző

	Szín indexszám	Szín	Alkalmazási terület				Egyéb korlátozások és követelmények
			1	2	3	4	
85	47000	sárga			x		
86	47005	sárga	x				E 104
87	50325	ibolya				x	
88	50420	fekete			x		
89	51319	ibolya				x	
90	58000	piros	x				
91	59040	zöld			x		
92	60724	ibolya				x	
93	60725	ibolya	x				
94	60730	ibolya			x		
95	61565	zöld	x				
96	61570	zöld	x				
97	61585	kék				x	
98	62045	kék				x	
99	69800	kék	x				E 130
100	69825	kék	x				
101	71105	narancs			x		
102	73000	kék	x				
103	73015	kék	x				E 132
104	73360	piros	x				
105	73385	ibolya	x				
106	73900	ibolya				x	
107	73915	piros				x	
108	74100	kék				x	
109	74160	kék	x				
110	74180	kék				x	
111	74260	zöld		x			
112	75100	sárga	x				
113	75120	narancs	x				E 160 b
114	75125	sárga	x				E 160 d
115	75130	narancs	x				E 160 a
116	75135	sárga	x				E 161 d
117	75170	fehér	x				
118	75300	sárga	x				E 100
119	75470	piros	x				E 120
120	75810	zöld	x				E 140 és E 141
121	77000	fehér	x				E 173
122	77002	fehér	x				
123	77004	fehér	x				
124	77007	kék	x				
125	77015	piros	x				
126	77120	fehér	x				
127	77163	fehér	x				
128	77220	fehér	x				E 170
129	77231	fehér	x				
130	77266	fekete	x				
131	77267	fekete	x				
132	77268:1	fekete	x				E 153

	Szín indexszám	Szín	Alkalmazási terület				Egyéb korlátozások és követelmények
			1	2	3	4	
133	77288	zöld	x				Kromát iontól mentes
134	77289	zöld	x				Kromát iontól mentes
135	77346	zöld	x				
136	77400	barna	x				
137	77480	barna	x				E 175
138	77489	narancs	x				E 172
139	77491	piros	x				E 172
140	77492	sárga	x				E 172
141	77499	fekete	x				E 172
142	77510	kék	x				Cianid iontól mentes
143	77713	fehér	x				
144	77742	ibolya	x				
145	77745	piros	x				
146	77820	fehér	x				E 174
147	77891	fehér	x				E 171
148	77947	fehér	x				
149	Lactoflavin	sárga	x				E 101
150	Caramel	barna	x				E 150
151	Capsanthin, capsorubin	narancs	x				E 160 c
152	Céklavörös	piros	x				E 162
153	Anthocianinok	piros	x				E 163
154	Alumínium, cink, magnézium és kalcium sztea- rátok	fehér	x				
155	Brómtimolkék	kék				x	
156	Brómkrezolzöld	zöld				x	
157	Savanyú vörös 195	piros			x		

Oszlop 1 = Valamennyi kozmetikai termékben engedélyezett színezékek.

Oszlop 2 = A szem környékén alkalmazott termékek kivételével valamennyi kozmetikai termékben engedélyezett színezékek.

Oszlop 3 = Kizárólag olyan kozmetikai termékben engedélyezett színezékek, amely a nyálkahártyával nem kerül érintkezésbe.

Oszlop 4 = Kizárólag olyan kozmetikai termékben engedélyezett színezékek, amely a bőrrel rövid ideig érintkezik.

(1) Ezen színezékek olyan lakkjai vagy sói is engedélyezettek, amelyeknél a 2. számú mellékletben nem tiltott, illetve az 5. számú melléklet szerint a rendelet hatálya alól nem kivont anyagot használnak.

(2) Azon színezékeknek, amelyeknél az „E” betű szerepel, az élelmiszer színezékekre vonatkozó tisztasági követelményeknek kell megfelelni a külön jogszabályban¹ lefektetett előírásoknak.

(3) Engedélyezhetők továbbá ezen színezékek oldhatatlan bárium, stroncium és cirkónium lakkjai, sói és pigmentjei, melyeknek meg kell felelniük az oldhatatlansági tesztnek.”

¹ A Magyar Élelmiszerkönyv kötelező előírásairól szóló 40/1995. (XI. 16.) FM rendelet.

4. számú melléklet az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„5. számú melléklet a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

A rendelet hatálya alá nem tartozó anyagok

A stroncium és vegyületei kivéve a 2. Mellékletben felsorolt stroncium laktát, stroncium nitrát és stroncium polikarboxilát, a 3. Melléklet 1. részben meghatározott feltételek mellett a stroncium szulfid, stroncium klorid, stroncium acetát, stroncium hidroxid, stroncium peroxid, és a 4. Mellékletben (3) megjegyzéssel felsorolt színezékekben lévő stroncium lakkok, festékek és sók.”

5. számú melléklet az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„7. számú melléklet a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Kozmetikai termékben felhasználható UV-szűrőanyagok

Az UV-szűrőanyagok olyan anyagok, amelyek a napozótermékekben speciálisan azt a célt szolgálják, hogy bizonyos UV-sugarakat kiszűrjenek és így megvédjék a bőrt azok káros hatásaitól.

Ezeket az UV-szűrőanyagokat egyéb kozmetikai termékben is lehet alkalmazni a jelen mellékletben megadott határértékek és feltételek mellett.

Jelen mellékletben nem szerepelnek azok az UV-szűrőanyagok, amelyeket kizárólag a kozmetikai termékben UV-sugárzástól való védelmére használnak.

Referencia szám	UV-szűrőanyag neve	Maximálisan megengedett koncentráció	Egyéb korlátozások és követelmények	Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
a	b	c	d	e
1	4-Aminobenzoésav	5%		
2	N,N,N-Trimetil-4-(2-oxoborn-3-ilidenemetil) anilinium metilszulfat	6%		
3	Homosalat (INN)	10%		
4	Oxibenzon (INN)	10%		Oxibenzont tartalmaz ¹
6	2-fenilbenzimidazol-5-szulfonsav és kálium, nátrium trietanolamin sói	8% (savban kifejezve)		
7	3,3'-(1,4-Feniléndimetilén) bisz (7,7-dimetil-2-oxobiciklo-[2,2,1]hept-1-ilmetánszulfonsav) és sói	10% (savban kifejezve)		
8	1-(4-terc-butilfenil)-3-(4-metoxifenil) propán-1,3-dion	5%		
9	alfa-(2-Oxoborn-3-iliden) toluen-4-szulfonsav és sói	6% (savban kifejezve)		
10	2-ciano-3,3-difenil akrilsav, 2-etilhexil észter (Oktokrilén)	10% (savban kifejezve)		

Referencia szám	UV-szűrőanyag neve	Maximálisan megengedett koncentráció	Egyéb korlátozások és követelmények	Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
a	b	c	d	e
11	Az N-1(2 és 4)-[(2-oxoborn-3-iliden)metil] benzil)akrila- mid polimerje	6%		
12	Oktil metoxicinnamát	10%		
13	Etoxilált Etíl-4-Aminoben- zoát (PEG-25 PABA)	10%		
14	Izopentil-4-metoxicinnamát (Izoamil p-metoxicinnamát)	10%		
15	2,4,6-Trianilin-(p-Karbo-2'- Etilhexil-1'Oxi)-1,3,5-Triazin (Oktil Triazon)	5%		
16	Fenol,2-(2H-Benzotriazol- 2-il)-4- Metil-6-(2-metil-3-(1,3,3,3- -Tetrametil-1- (Trimetilszilil(Oxi)-Diszilo- xanil) Propil) (Drometrizol Trisziloxan)	15%		
17	Benzoészav, 4,4-((6-(((1,1- dimetiletil)amino)karbonil) fenil) amino)- 1,3,5-triazine-2,4- diil) diimin) bisz-, bisz(2-etil- hexil)észter)	10%		
18	3-(4'-Metilbenziliden)-d-1 kámfor (4-Metil-benziliden kámfor)	4%		
19	3-Benziliden kámfor	2%		
20	2-Etilhexil szalicilát (Oktil- szalicilát)	5%		
21	etilhexil-2-hexil 4-dimetil- amino- benzoátja (oktil dimetil PABA)	8%		
22	2-Hidroxi-4-metoxi-benzo- fenon-5- szulfonsav (Benzofenon-5) és nátrium sója	5% (savból)		
23	2,2'-Metilen-bisz-6-(2H- benzotriazol- 2il)-4-(tetrametil-butil)-1,1, 3,3-fenol	10%		
24	2-2'-bisz-(1,4-fenilén)1H- benzimidazol-4,6-diszulfon sav mononátrium sója)	10% (savból)		
25	(1,3,5)-Triazine-2,4-bisz ((4-(2-etil-hexil oxil)-2-hid- roxi)-fenil-6-(4-metoxifenil)	10%		
26	Dimetikodietilbenzalmalonat (CAS szám 207574-74-1)	10%		
27	Titánium dioxid	25%''		

¹ Nem szükséges, ha a koncentráció 0,5% vagy kisebb és csak a kozmetikai termék védelmét szolgálja.

6. számú melléklet az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„3. számú melléklet a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

1. rész

Kozmetikai termékekben csak a megadott határértéken belül, az előírt feltételek betartása mellett felhasználható anyagok

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
1a	Bórsav, borátok és tetraborátok	a) Hintőpor b) Szájhygiénés termékek c) Egyéb termékek (kivéve a fürdőtermékek és a hajhullámosító termékek)	a) 5% (bórsav tömeg%-ában) b) 0,1% (bórsav tömeg%-ában) c) 3% (bórsav tömeg%-ában)	a) 1. Nem használható 3 év alatti gyermekeknek szánt termékben 2. Nem használható hámló, irritált bőrön, ha a szabad oldható borát koncentráció az 1,5%-ot meghaladja (bórsav tömeg%-ában) b) 1. Nem használható 3 év alatti gyermekeknek szánt termékben c) 1. Nem használható 3 év alatti gyermekeknek szánt termékben 2. Nem használható hámló, irritált bőrön, ha a szabad oldható borát koncentráció a 1,5%-ot meghaladja (bórsav tömeg%-ában)	a) 1. 3 év alatti gyermekek nem használhatják 2. Nem alkalmazható hámló, irritált bőrön b) 1. Nem szabad lenyelni 2. 3 év alatti gyermekek nem használhatják c) 1. 3 év alatti gyermekek nem használhatják 2. Nem alkalmazható hámló, irritált bőrön
1b	Tetraborátok	a) Fürdőtermékek b) Hajhullámosító termékek	a) 18% (bórsav tömeg%-ában) b) 8% (bórsav tömeg%-ában)	a) Nem használható 3 év alatti gyermekeknek szánt termékben	a) Nem használható 3 év alatti gyermekek fürdetésére b) Alaposan leöblíteni
2a	Tioglikolsav és sói	a) Hajhullámosító vagy kiegyenesítő termékek — általános használat — szakipari használat b) Szőrtelenítők c) Használat után eltávolításra kerülő egyéb hajápoló termékek	— 8% használatra kész pH 7—9,5 — 11% használatra kész pH 7—9,5 — 5% használatra kész pH 7—12,7 — 2% használatra kész pH 9,5-ig Százalékok tioglikolsavra számítva	a) b) c) A használati utasításnak a következő mondatokat kell tartalmazni magyar nyelven: — Szembe jutása kerülendő — Szembe jutáskor azonnal bőséges vízzel öblögetni és orvoshoz fordulni — a) és c) esetben megfelelő kesztyű használandó	a) — Tioglikolátot tartalmaz — Kövesse az előírásokat — Gyermekek elől elzárandó — Csak szakipari használatra b) c) — Tioglikolátot tartalmaz — Kövesse az előírásokat — Gyermekek elől elzárandó

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
2b	Tioglikolsav észterek	Hajhullámosító vagy kiegyenesítő termékek: — általános használat — szakipari használat	— 8% használatra kész pH 6—9,5 — 11% használatra kész pH 6—9,5 Százalékok tioglikolsavra számítva	A használati utasításnak a következő mondatokat kell tartalmazni magyar nyelven: — Érzékenységet okozhat a bőrrel való érintkezéskor — Szembe jutása kerülendő — Szembe jutáskor azonnal bőséges vízzel öblögetni és orvoshoz fordulni — Megfelelő kesztyű használandó	— Tioglikolátot tartalmaz — Kövesse az előírásokat — Gyermekek elől elzárando — Csak szakipari használatra
3	Oxálsav, észterei és bázikus sói	Hajkezelő termékek	5%		Csak szakipari használatra
4	Ammónia		6% NH ₃ -ra számítva		2% fölött: ammóniát tartalmaz
5	Tozilklóramid nátrium (*)		0,2%		
6	Alkáli fémek klorátjai	a) Fogkrém b) Egyéb felhasználás	a) 5% b) 3%		
7	Diklórmétán		35% (1,1,1-triklórmétánnal keverve a teljes koncentráció nem haladhatja meg a 35%-ot)	0,2% mint max. szennyezőanyag tartalom	
8	m- és p-Feniléndiaminok, N-szubsztituált származékaik és sók; az o-Feniléndiaminok N-szubsztituált származékai (1), azon származékok kivételével, amelyeket ez a Melléklet máshol sorol fel	Hajfesték színező oxidáló anyagai a) általános használat b) szakipari használat	6% szabad bázisra számítva		a) Allergiás reakciót válthat ki Feniléndiaminokat tartalmaz Nem használható szempilla- és szemöldökfestésre b) Csak szakipari használatra Feniléndiaminokat tartalmaz Allergiás reakciót válthat ki Megfelelő kesztyű használandó
9	Methilfeniléndiaminok és N-szubsztituált származékaik és sók (1) a 2. számú melléklet 364-es anyagának kivételével	Hajfesték oxidáló színező anyagai a) általános használat b) szakipari használat	10% szabad bázisra számítva		a) Allergiás reakciót válthat ki Feniléndiaminokat tartalmaz Nem használható szempilla- és szemöldökfestésre b) Csak szakipari használatra Feniléndiaminokat tartalmaz Allergiás reakciót válthat ki Megfelelő kesztyű használandó
10	Diaminofenolok (1)	Hajfesték oxidáló színező anyagai a) általános használat b) szakipari használat	10% szabad bázisra számítva		a) Allergiás reakciót válthat ki Diaminofenolokat tartalmaz Nem használható szempilla- és szemöldökfestésre b) Csak szakipari használatra Diaminofenolt tartalmaz Allergiás reakciót válthat ki Megfelelő kesztyű használandó
11	Diklorofén (*)		0,5%		Diklorofént tartalmaz

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
12	Hidrogénperoxid és más olyan vegyületek, amelyekből hidrogénperoxid szabadul fel köztük a karbamidperoxid és cinkperoxid	a) Hajkezelő termékek b) Bőrápoló termékek c) Körömerősítő termék d) Szájhygiénés termékek	12% H ₂ O ₂ (40 tf%) jelenlévő vagy szabad 4% H ₂ O ₂ , jelenlévő vagy szabad 2% H ₂ O ₂ , jelenlévő vagy szabad 0,1% H ₂ O ₂ , jelenlévő vagy szabad		a) Megfelelő kesztyű használandó a) b) c) Hidrogénperoxidot tartalmaz Szembe ne kerüljön Szembe jutása esetén azonnal kiöblíteni
13	Formaldehid	Körömerősítő	5% formaldehidre számítva		A körömágy zsírral, olajjal védendő Formaldehidet tartalmaz (2)
14	Hidrokinon (3)	a) Hajfesték oxidáló színező anyagai: 1. Általános használat 2. Szakipari használat b) Műkörömnél	0,3% 0,02% (használat előtti összekeverés után)		a) 1. Nem használható szempilla-, szemöldökökfestéshez Szembe jutása esetén azonnal kiöblíteni Hidrokinont tartalmaz 2. Csak szakipari használatra Hidrokinont tartalmaz Szembe jutása esetén azonnal kiöblíteni b) Csak szakipari használatra Bőrre ne kerüljön Gondosan olvassa el a használati utasítást
15a	Kálium- és nátriumhidroxid	a) Körömágybőr eltávolító b) Hajkiegyenesítő 1. Általános használat 2. Szakipari használat c) pH beállító — szőrtelenítők d) pH beállítóként egyéb felhasználás	a) 5% súly szerint (4) b) 1. 2% súly szerint (4) 2. 4,5% súly szerint (4) c) pH 12,7-ig d) pH 11-ig		a) Lúgot tartalmaz Szembe ne kerüljön Vakságot okozhat Gyermekek elől elzárandó b) 1. Lúgot tartalmaz Szembe ne kerüljön Vakságot okozhat Gyermekek elől elzárandó 2. Csak szakipari használatra Szembe ne kerüljön Vakságot okozhat c) Gyermekek elől elzárandó Szembe ne kerüljön
15b	Litium hidroxid	a) Hajkiegyenesítő 1. Általános használat 2. Szakipari használat b) pH beállító — szőrtelenítők c) Egyéb felhasználás — mint pH beállító (kizárólag leöblítendő termékekben)	a) 1. 2% súly szerint (3) 2. 4,5% súly szerint (3)	b) pH érték nem haladhatja meg a 12,7-et c) pH érték nem haladhatja meg 11-et	a) 1. Lúgot tartalmaz Szembe ne kerüljön Vakságot okozhat Gyermekek elől elzárandó 2. Csak szakipari használatra Szembe ne kerüljön Vakságot okozhat b) Lúgot tartalmaz Gyermekek elől elzárandó Szembe ne kerüljön

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
15c	Kalcium hidroxid	a) Hajkiegyenesítő, két komponenst tartalmaz: kalcium hidroxidot és egy guanidin sót b) pH beállító — szőrtelenítők c) Egyéb felhasználás (pl. pH beállító, folyamat segítő)	a) 7% súly szerint kalcium hidroxid	b) pH érték nem haladhatja meg a 12,7-et c) pH érték nem haladhatja meg a 11-et	a) Lúgot tartalmaz Szembe ne kerüljön Vakságot okozhat Gyermekek elől elzárando b) Lúgot tartalmaz Gyermekek elől elzárando Szembe ne kerüljön
16	1-Naftol (CAS szám 90-15-3) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat
17	Nátrium nitrit	Rozsdásodás gátló	0,2%	Nem használható két és/vagy háromértékű aminosavakkal vagy más nitrózamin képző anyaggal	
18	Nitrometán	Rozsdásodás gátló	0,3%		
19	Fenol és alkáli sói	Szappanok és samponok	1% fenolra számítva		Fenolt tartalmaz
21	Kinin és sói	a) Samponok b) Hajvizek/szeszek	a) 0,5% kinin bázisra számítva b) 0,2% kinin bázisra számítva		
22	Rezorcín (3)	a) Hajfesték oxidációs színező anyaga 1. Általános használat 2. Szakipari használat b) Hajvizek/szeszek és samponok	a) 5% b) 0,5%		a) 1. Rezorcint tartalmaz Nem használható szempilla-, szemöldökfestésre Szembe jutása esetén azonnal kiöblíteni 2. Csak szakipari használatra Rezorcint tartalmaz Szembe jutása esetén azonnal kiöblíteni b) Rezorcint tartalmaz
23	a) Alkáli szulfidok b) Alkalikus földszulfidok	a) Szőrtelenítők b) Szőrtelenítők	a) 2% kénre számítva pH 12,7-ig b) 6% kénre számítva pH 12,7-ig		a) Gyermekek elől elzárando Szembe ne kerüljön b) Gyermekek elől elzárando Szembe ne kerüljön
24	Vízoldékony cinksók a cink-4-hidroxibenzolszulfonát és a cinkpirition kivételével		1% cinkre számítva		
25	Cink-4-hidroxibenzolszulfonát	Dezodorok, izzadásgátlók és pórusösszehúzó vizek/szeszek	6% a vízmentes anyag%-ra számítva		Szembe ne kerüljön
26	Ammónium monofluorofoszfát	Szájhigiénés termékek	0,15% F-ra számítva. A mellékletben engedélyezett fluorid vegyületek keveréke esetén a teljes F koncentráció nem haladhatja meg a 0,15%-ot		Ammónium monofluoro-foszfátot tartalmaz
27	Nátrium monofluorofoszfát	ua.	0,15% ua.		Nátrium monofluorofoszfátot tartalmaz

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
28	Kálium monofluorofoszfát	ua.	0,15% ua.		Kálium monofluorofoszfátot tartal- maz
29	Kalcium monofluorofoszfát	ua.	0,15% ua.		Kalcium monofluorofoszfátot tartal- maz
30	Kalcium fluorid	ua.	0,15% ua.		Kalcium fluoridot tartalmaz
31	Nátrium fluorid	ua.	0,15% ua.		Nátrium fluoridot tartalmaz
32	Kálium fluorid	ua.	0,15% ua.		Kálium fluoridot tartalmaz
33	Ammónium fluorid	ua.	0,15% ua.		Ammónium fluoridot tartalmaz
34	Alumínium fluorid	ua.	0,15% ua.		Alumínium fluoridot tartalmaz
35	Ón fluorid	ua.	0,15% ua.		Ón fluoridot tartalmaz
36	Hexadecil ammónium fluorid	ua.	0,15% ua.		Hexadecil ammónium fluoridot tar- talmaz
37	3-(N-Hexadecil-N-2-hidroxietyl- ammónia) propilbisz (2-hidroxietyl) ammónium dihidrofluorid	ua.	0,15% ua.		3-(N-Hexadecil-N-2-hidroxietyl-am- mónia) propilbisz (2-hidroxietyl) ammónium dihidrofluoridot tar- talmaz
38	NN'-N'-Trisz(polioxietilén)-N- hexadecilpropiléndiamin dihidrofluorid	ua.	0,15% ua.		NN'-N'-trisz(polioxietilén)-N-hexa- decilpropiléndiamin dihidrofluor- idot tartalmaz
39	Oktadecenil ammónium fluorid	ua.	0,15% ua.		Oktadecenil ammónium fluoridot tartalmaz
40	Nátrium fluorszilikát	ua.	0,15% ua.		Nátrium fluorszilikátot tartalmaz
41	Kálium fluorszilikát	ua.	0,15% ua.		Kálium fluorszilikátot tartalmaz
42	Ammónium fluorszilikát	ua.	0,15% ua.		Ammónium fluorszilikátot tartalmaz
43	Magnézium fluorszilikát	ua.	0,15% ua.		Magnézium fluorszilikátot tartalmaz
44	1,3-Bisz(hidroximetil) imidazolidin-2-thion	a) Hajkezelő termékek b) Körömápoló termékek	a) 2%-ig b) 2%-ig	a) Tilos aerosolokban b) Az alkalmazott termék pH-ja nem lehet több mint 4	1,3-bisz(hidroximetil) imidazolidin-2-thion tartalmaz
45	Benzilalkohol	Oldószerek, parfümök és ízesítőanyagok			
46	6-metilkumarin	Szájhigiénés termékek	0,003%		

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
47	Nikometanol hidrofluorid	Szájhigiénés termékek	0,15% fluorra számolva. Ha más, ebben a mellékletben engedélyezett fluortartalmú vegyülettel együtt használják, az összes fluor-koncentráció nem lehet több 0,15%-nál		Nikometanol hidrofluoridot tartalmaz
48	Ezüstnitrát	Kizárólag a szempilla és szemöldök színezésére szolgáló termékekben	4%		Ezüst nitrátot tartalmaz Szembe jutása esetén azonnal ki kell öblíteni
49	Szeléndiszulfid	Korpásodás elleni samponokban	1%		Szeléndiszulfidot tartalmaz Szembe és sebesült bőrfelületre ne kerüljön
50	Alumínium cirkónium klorid hidroxid komplexek AlxZr(OH)yCl2 és az alumínium cirkónium klorid hidroxid, glicin komplexek	Izzadásgátlók	20% vízmentes alumínium cirkónium klorid hidroxidban számolva 5,4% cirkóniumra számolva	1. Az alumínium atomok aránya a cirkónium atomokhoz 2 és 10 között legyen 2. Az (Al+Zr) atomok aránya a klór atomokhoz 0,9 és 2,1 között legyen 3. Tilos felhasználni aeroszolakban (spray-ben)	Ne használja sérült bőrfelületre
51	Kinolin-8-ol és bisz (8-hidroxikinolinium) szulfát	Hidrogénperoxid stabilizátor a leöblítésre kerülő hajkezelő termékekben Hidrogénperoxid stabilizátor a leöblítésre nem kerülő hajkezelő termékekben	0,3% a bázisra számolva 0,03% a bázisra számolva		
52	Metilalkohol	Etilalkohol és izopropilalkohol denaturálására	5% az etilalkoholra vagy izopropilalkoholra számolva		
53	Etidronik sav és sói (1-hidroxi-etilidén-difoszfónik- sav és sói)	a) Hajkezelő b) Szappan	1,5% etidronik savban kifejezve 0,2% etidronik savban kifejezve		
54	1-Fenoxipropán-2-ol	— Kizárólag leöblítésre kerülő termékekben — Tilos használni szájhigiénés termékekben	2%	Konzerváló szerként lásd 6. számú melléklet 43-as referencia szám	
55	Ólomacetát	Csak hajfestésre	0,6% ólomra számolva		Gyermekek elől elzárandó Szembe ne kerüljön Használata után mosson kezet Ólomacetátot tartalmaz Nem használható szempilla, szemöldök vagy bajusz festésre Irritáció esetén használatát abba kell hagyni

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
56	Magnézium fluorid	Foghigiénés termékek	0,15% F-ra számolva. Ha más, ebben a mellékletben engedélyezett fluortartalmú vegyülettel együtt használják, az összes fluorkoncentráció nem lehet több mint 0,15%		Magnézium fluoridot tartalmaz
57	Stroncium klorid hexahidrát	a) Fogkrém b) Sampon és arcápoló termékek	3,5% stronciumra számolva. Ha más, engedélyezett stroncium-tartalmú vegyülettel együtt használják, az összes stroncium koncentráció nem lehet több mint 3,5% 2,1% stronciumra számolva. Ha más, engedélyezett stroncium-tartalmú vegyülettel együtt használják, az összes stroncium koncentráció nem lehet több mint 2,1%		Stroncium kloridot tartalmaz Gyermekek számára a gyakori használat nem tanácsos
58	Stroncium acetát hemihidrát	Fogkrém	3,5% stronciumra számolva. Ha más, engedélyezett stroncium-tartalmú vegyülettel együtt használják, az összes stroncium koncentráció nem lehet több mint 3,5%		Stroncium acetátot tartalmaz Gyermekek számára a gyakori használat nem tanácsos
59	Hintőpor: Hidratált magnéziumszilikát	a) Három évnél fiatalabb gyermekek számára készült hintőporok b) Egyéb termékek			a) Tartsa távol a gyermekek szájától és orrától
60	Zsírsav dialkanolamidok		Maximális szekunder amin koncentráció: 0,5%	— Nitrozáló rendszerekben nem használható — Maximális szekunder amin koncentráció 5% (nyersanyagra számolva) — Maximális nitrozamin koncentráció 50 µg/kg — Nitritmentes anyagból készült konténerben tartandó	
61	Monoalkanolaminok		Maximális szekunder amin koncentráció: 0,5%	— Nitrozáló rendszerekben nem használható — Minimális tisztaság: 99% — Maximális szekunder alkanolamin koncentráció 0,5% (nyersanyagra számolva) — Maximális nitrozamin koncentráció 50 µg/kg — Nitritmentes konténerben tartandó	

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
62	Trialkanolaminok	a) leöblítésre nem kerülő termékek b) egyéb termékek	a) 2,5%	a), b) — Nitrozáló rendszerekben nem használható — Minimális tisztaság: 99% — Maximális szekunder alkanolamin koncentráció 0,5% (nyersanyagra számolva) — Maximális nitrozamin koncentráció 50 µg/kg — Nitritmentes konténerben tartandó	
63	Stroncium hidroxid	pH szabályozó szőrtelenítő termékekben	3,5% stronciumra számolva max. pH: 12.7		Gyermekek elől elzárando Szembe ne kerüljön
64	Stroncium peroxid	Leöblítésre kerülő hajkezelő termékekben szakipari használatra	4,5% stronciumra számolva a felhasználásra kész termékben	Minden terméknek ki kell elégítenie a hidrogénperoxid felszabadítással kapcsolatos követelményeket	Szembe ne kerüljön Szembe jutása esetén azonnal le kell öblíteni Csak szakipari használatra Megfelelő kesztyű használandó
65	Benzalkonium klorid, bromid és szaharinát	a) Leöblítésre kerülő haj (fej)- ápoló termékekben b) Egyéb termékekben	a) 3% (benzalkonium kloridra számolva) b) 0,1% (benzalkonium kloridra számolva)	a) A C14 vagy ennél rövidebb alkilláncot tartalmazó benzalkonium klorid, bromid szaharinát koncentrációja a végtermékben nem lehet több mint 0,1% (benzalkonium kloridra számolva)	a) Szembe ne kerüljön b) Szembe ne kerüljön
66	Poliakril amidok	a) A bőrön maradó testápoló termékek b) Egyéb kozmetikai termékek		a) Maximális akril amid maradék koncentráció 0,1 mg/kg b) Maximális akril amid maradék koncentráció 0,5 mg/kg	
67	Amil cinnamal (CAS-szám 122-40-7)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
68	Benzilalkohol (CAS szám 100-51-6)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
69	Cinnamil alkohol (CAS szám 104-54-1)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
70	Citrál (CAS szám 5392-4-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
71	Eugenol (CAS szám 97-53-0)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
72	Hidroxi-citronellál (CAS szám 107-75-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
73	Izoeugenol (CAS szám 97-54-1)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
74	Amilcin namil alkohol (CAS szám 101-85-9)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
75	Benzilszalicilát (CAS szám 118-58-1)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
76	Cinnamál (CAS szám 104-55-2)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
77	Kumarin (CAS szám 91-64-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
78	Geraniol (CAS szám 106-24-1)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
79	Hidroxil-metil-pentil-ciklohexén- karboxaldehid (CAS szám 31906-04-4)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
80	Anizil alkohol (CAS szám 105-13-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
81	Benzilcinnamát (CAS szám 103-41-3)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
82	Farnezol (CAS szám) 4602-84-0)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
83	2-(4-tert-Butilbenzil)-propional- dehid (CAS szám 80-54-6)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
84	Linalool (CAS szám 78-70-6)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
85	Benzil benzoát (CAS szám 120-51-4)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
86	Citronellol (CAS szám 106-22-9)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
87	Hexil-cinnam-aldehyd (CAS szám 101-86-0)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
88	d-limonen (CAS szám 5989-27-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
89	Metil-heptin karbonát (CAS szám 111-12-6)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
90	3-Metil-4-(2,6,6-trimetil-2- ciklohexén-1-il)-3-butén-2-on (CAS szám 127-51-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
91	Tölgyfamoha kivonat (CAS szám 90028-68-5)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	
92	Famoha-kivonat (CAS szám 90028-67-4)			Az anyag jelenlétét jelezni kell az összetevők felsorolásában, amennyiben koncentrációja meghaladja: — 0,001% a bőrön maradó termékekben — 0,01% a leöblítendő termékekben	

Referencia szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények	
a	b	c	d	e	f
93	2,4-Diamino-pirimidin-3-oxid CAS szám 74638-76-9)	Hajkezelő termékek	1,5%		
94	Benzoil-peroxid	Műköröm	0,7% (összekeverés után)	Csak szakipari használatra	Csak szakipari használatra Bőrre ne kerüljön Gondosan olvassa el a használati utasítást
95	Hidrokinon-metiléter	Műköröm	0,02% (használat előtti összekeverés után)	Csak szakipari használatra	Csak szakipari használatra Bőrre ne kerüljön Gondosan olvassa el a használati utasítást

(1) Ezek az anyagok használhatók önállóan vagy kombinációban, feltéve, hogy a kozmetikai termékben engedélyezett maximális szintjeik arányának összege nem haladja meg az 1-et.

(2) Csak ha a koncentráció 0,05% fölött van.

(3) Ezek az anyagok használhatók önállóan vagy kombinációban, feltéve, hogy a kozmetikai termékben engedélyezett maximális szintjeik arányának összege nem haladja meg a 2-öt.

(4) A nátrium, kálium vagy lítium hidroxid mennyisége nátriumhidroxid súlyban van megadva. Keverékek esetében az összeg nem haladhatja meg a „d” oszlopban megadott határértékeket.

(*) Ebben a mellékletben a csillaggal jelzett nevek közlésre kerültek a Gyógyszeripari Termékek Nemzetközi Nem Védjegyzett Nevek (INN), Javasolt Nemzetközi Nem Védjegyzett Nevek 1—33 listán, WHO, Genf, 1975. augusztus.”

2. rész

A kozmetikai termékekben átmenetileg engedélyezett anyagok jegyzéke

Referencia- szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések	Felhasználható a jelzett időpontig
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények		
a	b	c	d	e	f	g
1	Basic Blue 7 (CAS szám 2390-60-5)	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	0,2%		Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
2	2-Amino-3-nitrofenol (CAS szám 603-85-0) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 3,0% b) 3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltn, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	a) b) Allergiás reakciót okozhat	2004. 09.30.
3	4-Amino-3-nitrofenol (CAS szám 610-81-1) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 3,0% b) 3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltn, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	a) b) Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.

Referencia- szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések	Felhasználható a jelzett időpontig
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények		
a	b	c	d	e	f	g
4	2,7-Naftalen-diol (CAS szám 582-17-2) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,5%		2004. 09. 30.
5	m-Aminofenol (CAS szám 591-27-5) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
6	2,6-Dihidroxi-3,4-dimetil- piridin (CAS szám 84540-47-6) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
7	4-Hidroxi-propilamino-3-nitro- fenol (CAS szám 92952-81-3) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 5,2% b) 2,6%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 2,6%	a) b) Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
8	6-Nitro-2,5-piridindiamin (CAS szám 69825-83-8) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	3,0%		Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
9	HC Blue 11 (CAS szám 23920-15-2) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 3,0% b) 2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	a) b) Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
10	Hidroxietil-2-nitro-p-toluidin (CAS szám 100418-35-5) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,0% b) 1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	a) b) Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
11	2-Hidroxietil-pikram sav (CAS szám 99610-72-7) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 3,0% b) 2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	a) b) Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
12	p-Metilamino fenol (CAS szám 150-75-4) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
13	2,4-Diamino-5-metilfenoxi- etanol (CAS szám 141614-05-3) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
14	HC Violet 2 (CAS szám 104226-19-9) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	2,0%			2004. 09. 30.
15	Hiroxietil-2,6-dinitro-p-anizidin (CAS szám 122252-11-3) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	3,0%		Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
16	HC Blue 12 (CAS szám 104516-93-0) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 1,5% b) 1,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,75%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.

Referencia-szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések	Felhasználható a jelzett időpontig
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények		
a	b	c	d	e	f	g
17	2,4-Diamino-5-metifenetol (CAS szám 113715-25-6) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
18	1,3-Bis-(2,4-diaminofenoxi) propán (CAS szám 81892-72-0) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
19	3-Amino-2,4-diklórfenol (CAS szám 61693-43-4) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
20	Fenil metil pirazonon (CAS szám 89-25-8) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	0,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,25%		2004. 09. 30.
21	2-Metil-5-hidroxietyl-amino-fenol (CAS szám 55302-96-0) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
22	Hidroxi-benzo-morfolin (CAS szám 26021-57-8) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
23	1,7-Naftalin-diol (CAS szám 575-38-2) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,5%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
24	HC Yellow 10 (CAS szám 109023-83-8) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	0,2%			2004. 09. 30.
25	2,6-Dimetoxi-3,5-piridin-diamin (CAS szám 85679-78-3) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	0,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,25%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
26	HC Orange 2 (CAS szám 85765-48-6) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	1,0%			2004. 09. 30.
27	HC Violet 1 (CAS szám 82576-75-8) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 0,5% b) 0,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,25%		2004. 09. 30.
28	3-Metilamino-4-nitro-fenoxi-etanol (CAS szám 59820-63-2) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	1,0%			2004. 09. 30.
29	2-Hidroxi-etilamino-5-nitro-anisol (CAS szám 66095-81-6) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	1,0%			2004. 09. 30.

Referencia-szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések	Felhasználható a jelzett időpontig
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények		
a	b	c	d	e	f	g
30	2-Klór-5-nitro-N-hidroxietyl-p-fenilén-diamin (CAS szám 50610-28-1) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,0% b) 1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
31	HC Red 13 (CAS szám 94158-13-1)	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,5% b) 2,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,25%		2004. 09. 30.
32	1,5-Naftalin-diol (CAS szám 83-56-7) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,5%		2004. 09. 30.
33	Hidroxipropil bis (N-hidroxietyl-p-feniléndiamin) (CAS szám 128729-30-6)	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%	Allergiás reakciót okozhat	2004. 09. 30.
34	o-Aminofenol (CAS szám 95-55-6) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
35	4-Amino-2-hidroxi-toluol (CAS szám 2835-95-2) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
36	2,4-Diamino-fenoxi-etanol (CAS szám 66422-95-5) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	4,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 2,0%		2004. 09. 30.
37	2-Metilrezorcin (CAS szám 608-25-3)	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
38	4-Amino-m-krezol (CAS szám 2835-99-6) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
39	2-Amino-4-hidroxietyl-amino-anizol (CAS szám 83763-47-7) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
40	3,4-Diamino-benzolsav (CAS szám 619-05-6) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.

Referencia-szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések	Felhasználható a jelzett időpontig
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények		
a	b	c	d	e	f	g
41	6-Amino-o-krezol (CAS szám 17672-22-9) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
42	2-Aminometil-p-aminofenol (CAS szám 79352-72-0) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
43	Hidroxietilamino-metil-p-aminofenol (CAS szám 110952-46-0) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
44	Hidroxietil-3,4-metilén-dioxi-anilin (CAS szám 81329-90-0) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
45	Acid Black 52 (CAS szám 3618-58-4) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
46	2-Nitro-p-feniléndiamin (CAS szám 5307-14-2) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 0,3% b) 0,3%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,15%		2004. 09. 30.
47	HC Blue 2 (CAS szám 33229-34-4) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	2,8%			2004. 09. 30.
48	3-Nitro-p-hidroxietil aminofenol (CAS szám 65235-31-6) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 6,0% b) 6,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 3,0%		2004. 09. 30.
49	4-Nitrofenil aminoetilurea (CAS szám 27080-42-8) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nemoxidáló színező anyaga	a) 0,5% b) 0,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,25%		2004. 09. 30.
50	HC Red 10 + HC Red 11 (CAS szám 95576-89-9 + 95576-92-4) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,0% b) 1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
51	Yellow 6 (CAS szám 104333-00-8) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,0% b) 1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
52	HC Yellow 12 (CAS szám 59320-13-7) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 1,0% b) 0,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,5%		2004. 09. 30.

Referencia-szám	Hatóanyag neve	Korlátozások			Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések	Felhasználható a jelzett időpontig
		alkalmazási terület és/vagy felhasználás	maximálisan megengedett koncentráció a végtermékben	egyéb korlátozások és követelmények		
a	b	c	d	e	f	g
53	HC Blue 10 (CAS szám 102767-27-1) és sói	Hajfesték oxidáló színező anyaga	2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
54	HC Blue 9 (CAS szám 114087-47-1) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,0% b) 1,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
55	2-Klór-6-etilamino-4-nitrofenol (CAS szám 131657-78-8) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 3,0% b) 3,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,5%		2004. 09. 30.
56	2-Amino-6-klór-4-nitrofenol (CAS szám 6358-09-4) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 2,0% b) 2,0%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 1,0%		2004. 09. 30.
57	Basic Blue 26 (CAS szám 2580-56-5) (CI 44045) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 0,5% b) 0,5%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,25%		2004. 09. 30.
58	Acid Red 33 (CAS szám 3567-66-6) (CI 17200) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	2,0%			2004. 09. 30.
59	Ponceau SX (CAS szám 4548-53-2) (CI 14700) és sói	Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	2,0%			2004. 09. 30.
60	Basic Violet 14 (CAS szám 632-99-5) (CI 42510) és sói	a) Hajfesték oxidáló színező anyaga b) Hajfesték nem oxidáló színező anyaga	a) 0,3% b) 0,3%	Hidrogén peroxiddal kombináltan, alkalmazás során a maximális koncentráció 0,15%		2004. 09. 30.
61	Musk xilén (CAS szám 81-15-2)	A szájápoló készítményeken kívül minden kozmetikai termék	a) 1,0% finom illatszerben b) 0,4% kölnivízben c) 0,03% egyéb termékekben			2004. 09. 30.
62	Musk keton (CAS szám 81-14-1)	A szájápoló készítményeken kívül minden kozmetikai termék	a) 1,4% finom illatszerben b) 0,56% kölnivízben c) 0,042% egyéb termékekben			2004. 09. 30.

7. számú melléklet az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„6. számú melléklet a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Kozmetikai termékekben felhasználható tartósítószeres jegyzéke

(1) A tartósítószeres olyan anyagok, amelyeket a kozmetikai termékekben olyan céllal alkalmaznak, hogy megakadályozzák a mikroorganizmusok szaporodását.

(2) A (*) jellel ellátott anyagokat a jelen mellékletben megadott koncentrációtól eltérő mennyiségben is lehet használni kozmetikai termékekben, ha ez annak megjelenéséből egyértelműen kitűnik, mint pl. dezodoráló hatóanyag szappanokban, korpásodás elleni hatóanyag samponokban.

(3) A kozmetikai termékekben egyéb anyagok is rendelkezhetnek antimikrobiális tulajdonságokkal és így segítik a termék tartósítását, mint pl. sok esszenciális olaj, néhány alkohol. Ezeket az anyagokat ez a melléklet nem tartalmazza.

(4) Jelen melléklet értelmezésében:

„sók”, kationok sói: nátrium, kálium, kalcium, magnésium, ammónium és etanolaminok,

anionok sói: klorid, bromid, szulfát, acetát.

„észterek”: metil, etil, propil, butil, isopropil, isobutil, fenil észterek.

(5) „Formaldehidet tartalmaz” figyelmeztetést kell felírni az olyan késztermékekre, amelyek formaldehidet tartalmaznak, ill. formaldehid szabadul fel, ha a késztermékben a formaldehid koncentrációja meghaladja a 0,05%-ot.

Referencia szám	Tartósítószer neve	Maximálisan megengedett koncentráció	Korlátozások és követelmények	Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
a	b	c	d	e
1	Benzoésav sói és észterei (*)	0,5% (sav)		
2	Propionsav és sói (*)	2% (sav)		
3	Szalícilsav és sói (*)	0,5% (sav)	Nem használható 3 év alatti gyermeknek szánt termékben, kivéve a samponokat	3 év alatt gyermekek nem használhatják ¹
4	Szorbinsav (hexa-2,4-dienoic sav) és sói (*)	0,6% (sav)		
5	Formaldehid és paraformaldehid (*)	0,2% (kivéve szájhygiénés termék) 0,1% (szájhygiénés termékben, szabad formaldehidben kifejezve)	Tilos aerosolos termékben (spray)	
7	Bifenil-2-ol (o-fenilfenol) és sói (*)	0,2% fenolban kifejezve		
8	Cink-pirition (INN) (*)	0,5%	Tilos szájhygiénés termékben Használható leöblítésre kerülő termékben	
9	Szervetlen szulfitek és hidrogén-szulfitek (*)	0,2%, szabad SO ₂ -ben kifejezve		
10	Nátrium-jodát	0,1%	Csak leöblítésre kerülő termékben	
11	Klór-butanol (INN)	0,5%	Tilos aerosolos termékben (spray)	Klór-butanolt tartalmaz
12	4-Hidroxibenzoésav, sói és észterei (*)	0,4% (sav) 1 észterre 0,8% (sav) észter-keveréknél		
13	3-Acetil-6-metil piran-2,4 (3H)-dion és sói	0,6% (sav)	Tilos aerosolos termékben (spray)	

Referencia szám	Tartósítószer neve	Maximálisan megengedett koncentráció	Korlátozások és követelmények	Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
a	b	c	d	e
14	Hangyasav és nátrium sója (+)	0,5% (savban kifejezve)		
15	3,3'-Dibromo-4,4'-hexametiléne-dioxi-dibenzamidin (Dibróm-hexamidin) és sói (izotionát is)	0,1%		
16	Thiomerzal (INN)	0,007% (Hg-ban) Ha a rendeletben engedélyezett egyéb higanyvegyülettel van összekeverve, akkor a Hg maximális koncentrációja 0,007% marad	Csak szem make-up, szem make-up eltávolító termékben	Thiomerzalt tartalmaz
17	Fenil-higany sók (borát is)	mint az előző	mint az előző	Fenil-higany komponenseket tartalmaz
18	Undec-10-enoic sav és sói (*)	0,2% (sav)		
19	Hexetidín (INN) (*)	0,1%		
20	5-Bróm-5-nitro-1,3-dioxan	0,1%	Csak leöblítésre kerülő termékben Kerülni kell a nitrózamin képződést	
21	Bronopol (INN) (*)	0,1%	Kerülni kell a nitrózamin képződést	
22	2,4-Diklórbenzil alkohol (*)	0,15%		
23	Triklocarban (INN) (*)	0,2%	Tisztasági kritérium: 3,3',4,4'-Tetraklór-azobenzén < 1 ppm 3,3',4,4'-Tetraklór-azoxibenzén < 1 ppm	
24	4-Klór-m-krezol (*)	0,2%	Tilos nyálkahártyával érintkező termékben	
25	Triklozan (INN) (*)	0,3%		
26	4-Klór-3,5-xilenol (*)	0,5%		
27	3,3'-Bisz (1-hidroxi-metil-2,5-dioxo-imidazolidin-4-il)-1,1'-metiléndiurea ('imidazolidinil urea') (*)	0,6%		
28	Poli (1-hexametilén-biguanid hidroklorid) (*)	0,3%		
29	2-Fenoxietanol (*)	1%		
30	Hexametiléntetramin (*) (methenamin) (INN)	0,15%		
31	Methenamin 3-kloroallilklorid (INN)	0,2%		
32	1-(4-Klórofenoxi)-1-(imidazol-1-il)3,3-dimetil-bután-2-on (*)	0,5%		
33	1,3-Bisz (hidroximetil)-5,5-dimetilimidazolidin-2,4-dion (*)	0,6%		
34	Benzilalkohol (*)	1%		

Referencia szám	Tartósítószer neve	Maximálisan megengedett koncentráció	Korlátozások és követelmények	Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
a	b	c	d	e
35	1-Hidroxi-4-metil-6(2,4,4-trimetil- pentil)2-piridon és monoetanolamin sója (*)	1% 0,5%	Leöblítésre kerülő termékben Egyéb termékekben	
36	1,2-Dibróm-2,4-diciano-bután (metildibrom glutarnitril)	0,1%	Csak leöblítésre kerülő termékekben	
37	6,6-Dibrómo-4,4-diklór-2,2'-metilén-difenol (Bromochlorophen) (*)	0,1%		
38	4-Izopropilm-krezol	0,1%		
39	5-Klór-2-metilizotiazol-3(2H)-on és 2-metilizo-tiazol-3- (2H)-on keveréke magnéziumkloriddal és magnéziumnitráttal	0,0015% (a két vegyület 3:1 arányú keveréke)		
40	2-Benzil-4-klór-fenol (Chlorophen)	0,2%		
41	2-Klór-acetamid	0,3%		Klóracetamidot tartalmaz
42	Klórhexidine (INN) és diglukonátja, diacetátja dihidrokloridja (+)	0,3% klórhexidinben kifejezve		
43	1-Fnoxipropan-2-ol	1,0%	Csak leöblítésre kerülő termékekben	
44	Alkil (C12-C22) trimetil ammónium, bromid és klorid (*)	0,1%		
45	4,4-dimetil-1,3-oxizalidin	0,1%	A végtermék pH-ja nem lehet alacsonyabb mint 6	
46	N-(Hidroximetil)-N-(dihidroximetil-1,3-dioxo-2,5-imidazolinidil-4)-N'-(hidroximetil) urea	0,5%		
47	1,6-Di(4-amidino-fenoxi)-n-hexan (hexamidin) és sói (köztük az isotionat és a p-hidroxibenzoát) (+)	0,1%		
48	Glutaraldehyde (Pentan-1,5-dial)	0,1%	Tilos aerosolos termékben (spray)	Glutaraldehydet tartalmaz (ha a végtermék glutaraldehyd koncentrációja meghaladja a 0,05%-ot)
49	5-Etil-3,7-dioxa-1-azabicyklo (3.3.0) oktán	0,3%	Tilos szájhygiénés és nyálkahártyával érintkező termékben	
50	3-(p-klór-fenoxi)-propán-1,2-diol (chlorphenesin)	0,3%		
51	Nátrium hidroximetilamino acetát (Nátrium hidroximetil glicinát)	0,5%		

Referencia szám	Tartósítószer neve	Maximálisan megengedett koncentráció	Korlátozások és követelmények	Címkére felírandó felhasználási feltételek és figyelmeztetések
a	b	c	d	e
52	Titándioxidra felvitt ezüst-klorid	0,004% mint AgCl	20% AgCl (W/W) TiO ₂ -on Tilos 3 év alatti gyermekeknek szánt termékekben, szájhiigiénés termékekben, szemkörnyéken és az ajkakon alkalmazott termékekben	
53	Benzetoniumklorid	0,1%	Csak leöblítésre kerülő termékekben	
54	Benzalkoniumklorid, bromid és szacharinát (+)	0,1% benzalkonium-kloridra számítva		Szembe ne kerüljön
55	Benzilhemiformal	0,15%	Csak leöblítésre kerülő termékekben	
56	3-Jód-2-propinilbutil karbamát	0,05%	1. Nem használható szájhiigiénés és ajakápoló termékekben 2. Ha a bőrön maradó termékekben a koncentráció meghaladja a 0,02%-ot, a következő mondat hozzáadandó: Jódot tartalmaz	Jódot tartalmaz''

¹ Kizárólag a 3 év alatti gyermekek részére készülő, a bőrrel tartósan érintkező terméknél.

8. számú melléklet
az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„9. számú melléklet
a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Kozmetikai termék bejelentéséhez, kozmetikai termékkel kapcsolatos kérelemhez szükséges adatok

I. A kozmetikai termék bejelentéséhez (nyilvántartásba vételi eljárásához) szükséges adatok

1. A bejelentő (cég) neve, címe, telephelye (elérhetősége).
2. Az előállító (cég) neve, címe, telephelye (elérhetősége).
3. A termék(ek)
 - megnevezése,
 - rendeltetése,
 - csomagolási egysége(i),
 - a 9. § (2) bekezdésében felsorolt valamennyi adat.
4. A termék(ek)et Magyarországon gyártották:

igen	nem
------	-----
5. A termék(ek)et Magyarországon hozták be először az Európai Unió területére:

igen	nem
------	-----

6. Az 5. § (1) bekezdésben előírt adatok hozzáférhetőségi helye, a cég neve, címe — ország, város, utca, házszám —, kontakt személy neve, telefon-/faxszáma.

7. A kiállító neve, címe, a kiállítás dátuma, cégszerű aláírás, bélyegző.

II. A kozmetikai termék 7. § (2) bekezdés szerinti összetevő engedélyezése iránti kérelemhez szükséges adatok

1. A kérelmező (cég) neve, címe, telephelye (elérhetősége).
2. Az anyag pontos kémiai/kereskedelmi neve, az előállításához felhasznált anyag(ok), keletkezett melléktermék(ek) kémiai neve.
3. A termék neve, rendeltetése — kivéve, ha az a megjelenéséből egyértelmű —, kiserelési módja, egysége(i).
4. Az anyag kvalitatív/kvantitatív összetételének, fizikai/kémiai jellemzőinek, mikrobiológiai tisztasági szintjének ellenőrzésére a gyártó által végzett/végeztetett vizsgálatok és eredmények megadása.
5. A termék 5. § (1) bekezdés szerinti termékinformációs dokumentációjának tárolási helye, külföldi terméknél az előállító ország kompetens hatóságának a nyilatkozata termékkategóriába tartozásáról, forgalmazásáról.

6. Az anyag toxikológiai adatai — akut toxicitási, bőr abszorpciós, bőr irritációs, bőr szenzibilizációs, nyálkahártya irritációs, szub-krónikus toxicitási, fototoxicitási, mutagenitási, karcinogenitációs, teratogenitási, genotoxicitási, toxikokinetikai, reprodukciós toxicitási vizsgálatok.

7. A termék ártalmatlanságát igazoló biztonsági értékelés.

8. Az anyag kozmetikai termékben alkalmazni kívánt mennyisége %-ban, betöltött funkciója, várható hatása a termék típusának, felhasználási módjának a megjelölésével.

9. A termék 2 mintadarabja — külföldinél — végleges, kereskedelmi forgalomba kerülő csomagolásban.

10. Az adatlapot kiállító neve, címe, cégszerű aláírás, bélyegző.

III. A kozmetikai termék összetevője feltüntetésének mellőzésére irányuló kérelemhez szükséges adatok

1. A kérelmező neve, cégneve, címe, telephelye (elérhetősége).

2. A titkosítani kért összetevő(k) pontos megnevezése (INCI név, EINECS, Szín Index-szám, CAS vagy ELINCS név és az ehhez kapcsolt hivatalos szám, Európai Gyógyszer-név, WHO által javasolt elnevezés, illetve, ha nincsenek nevek és számok, az alapanyag neve, azon növényi vagy állati eredetű összetevő neve, amit felhasználnak).

3. Annak a kozmetikai terméknek az emberi egészséggel kapcsolatos biztonsági értékelése, amelyben az összetevő(ke)t fel kívánják használni, figyelembe véve az összetevők toxikológiai hatását, kémiai összetételét és expozíciós szintjét.

4. A kozmetikai termékek listája, amelyben alkalmazni kívánják az összetevő(ke)t.

5. A titkosítás kérésének részletes indokolása különös tekintettel a következőkre:

- kezdeményezték a szabadalmi eljárást;
- ha az összetevő rendeltetése sem a szakirodalomban, sem a kereskedelembe nem ismert,
- az összetevőt és a használatát még nem hozták nyilvánosságra, ezt az állapotot nem befolyásolja, ha az összetevővel vagy használatával kapcsolatban már nyilvánosságra kerülne az összetevő, könnyen utánozható lenne és ez a kérelmezőnek kárt okozna.

6. Amennyiben az összetevőt több termékben használják, valamennyi kozmetikai termék elnevezését, illetve az Európai Unió területén különböző elnevezéseket kívánnak használni, ezek felsorolását. Ha a kérelem benyújtásakor a kozmetikai termék neve még nem ismert, a forgalomba hozatala előtt legalább 15 nappal közölni kell a termék

nevét. Ha az összetevőt több termékben használják, elegendő egyetlen kérelmet benyújtani, feltéve, hogy a kozmetikai termékeket egyértelműen meghatározzák.

7. Annak ismertetése, hogy az Európai Unió bármely tagállamában nyújtottak-e be titkosítási kérelmet az adott összetevővel kapcsolatban, illetve a meghozott döntés.”

9. számú melléklet

az 5/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

„8. számú melléklet

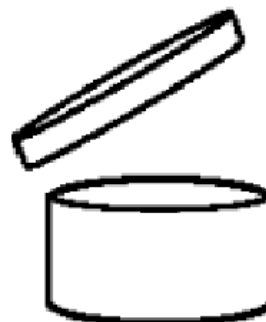
a 40/2001. (XI. 23.) EüM rendelethez

Jelölések a kozmetikai termékeken

A) Külön tájékoztatás jelölése a kozmetikai termékeken



B) A kozmetikai termék megnyitásától számított minőségmegőrzési idő jelölése



**Az egészségügyi, szociális és családügyi
miniszter
6/2004. (II. 10.) ESZCSM
rendelete**

**a kozmetikai termékek összetételének vizsgálatához
alkalmazandó módszerekről**

Az egészségügyről szóló 1997. évi CLIV. törvény 247. §-a (2) bekezdésének *da*) pontjában kapott felhatalmazás alapján a következőket rendelem el:

1. §

(1) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekből történő mintavétel, a vizsgálati minták laboratóriumi előkészítése, a szabad nátrium- és kálium-hidroxid tartalmának azonosítása és meghatározása, az oxálsavak és alkálisóinak hajápolási termékekben történő azonosítása és meghatározása, a kloroform és a cink fogkrémekben történő meghatározása, továbbá a fenolszulfonsav azonosítása és meghatározása vizsgálati módszerét az *1. számú melléklet* tartalmazza.

(2) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő oxidálószer azonosításának, a hidrogén-peroxid kozmetikai hajápolási termékekben történő mennyiségi meghatározásának, bizonyos oxidáló színezékek hajfestékekben történő azonosításának és félkvantitatív meghatározásának, nitrit azonosításának és mennyiségi meghatározásának, a szabad formaldehid azonosításának és mennyiségi meghatározásának, a rezorcin samponokban és hajszeszekben történő mennyiségi meghatározásának és a metanol etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatott mennyiségi meghatározásának vizsgálati módszerét a *2. számú melléklet* tartalmazza.

(3) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő diklór-metán és 1,1,1-triklór-etán mennyiségi meghatározására, a 8-kinolin-ol (8-hidroxi-kinolin) és a bis(8-hidroxi-kinolínium)-szulfát azonosítására és mennyiségi meghatározására, az ammónia mennyiségi meghatározására, a nitrometán azonosítására és mennyiségi meghatározására, a tioglikolsav azonosítására és mennyiségi meghatározására a hajhullámosító, a hajkiegyenesítő és a szőrtelenítő termékekben, a hexaklorofén azonosítása és meghatározása, a tozil-klóramid-nátrium (INN) (klóramin-T) azonosítására és mennyiségi meghatározására, az összes fluor fogkrémekben való meghatározására, a szerves higanyvegyületek azonosítására és mennyiségi meghatározására, alkáli- és alkáliföld-szulfidok mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszereket a *3. számú melléklet* tartalmazza.

(4) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő 1-glicerín-(4-amino)-benzoát azonosítására és

mennyiségi meghatározására, a klórbutanol mennyiségi meghatározására, a kinin azonosítására és mennyiségi meghatározására, a szervesetlen szulfidok és higrogénszulfidok azonosítására és mennyiségi meghatározására, az alkálifémek klorátjainak azonosítására és mennyiségi meghatározására, valamint a nátrium-jodát azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszereket a *4. számú melléklet* tartalmazza.

(5) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő ezüstnitrát azonosítására és mennyiségi meghatározására, a szelén-diszulfid azonosítására és mennyiségi meghatározására a korpásodás elleni samponokban, az oldható bárium és az oldható stroncium mennyiségi meghatározására festékekben (pigmentekben) sók vagy festéklakkok formájában, a benzil-alkohol azonosítására és mennyiségi meghatározására, a cirkónium azonosítására, a cirkónium, alumínium és klór mennyiségi meghatározására nem aeroszol izzadásgátlókban, valamint a hexamidin, dibrom-hexamidin, dibrom-propamidin és klór-hexidin azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszereket az *5. számú melléklet* tartalmazza.

(6) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő benzoésav, 4-hidroxibenzoésav, szorbinsav, szalicilsav és propionsav, valamint hidrokinon, hidrokinon monometil-éter, hidrokinon monoetil-éter és hidrokinon monobenzil-éter azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszereket a *6. számú melléklet* tartalmazza.

(7) A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropán-2-ol, metil-, etil-, propil-, butil- és benzil-4-hidroxibenzoát azonosítása és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszereket a *7. számú melléklet* tartalmazza.

2. §

E rendelet a Magyar Köztársaság és az Európai Közösségek és azok tagállamai közötti társulás létesítéséről szóló, Brüsszelben, 1991. december 16-án aláírt Európai Megállapodás tárgykörében a Megállapodást kihirdető 1994. évi I. törvény 3. §-ával összhangban az Európai Közösség alább felsorolt irányelveivel összeegyeztethető szabályozást tartalmaz:

— a Bizottság 80/1335/EGK első irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

— a Bizottság 87/143/EGK irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló első 80/1335/EGK irányelv módosításáról,

— a Bizottság 82/434/EGK második irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges

ges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

— a Bizottság 90/207/EGK irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló 82/434/EGK második irányelv módosításáról,

— a Bizottság 83/514/EGK harmadik irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges elemzési módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

— a Bizottság 85/490/EGK negyedik irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálati módszerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

— a Bizottság 93/73/EGK ötödik irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges elemzési módszerekről,

— a Bizottság 95/32/EK hatodik irányelve a kozmetikai termékek összetételének ellenőrzéséhez szükséges elemzési módszerekről,

— a Bizottság 96/45/EK hetedik irányelve a kozmetikai termékek összetételének megállapításához szükséges elemzési módszerekről.

3. §

Ez a rendelet a Magyar Köztársaságnak az Európai Unióhoz történő csatlakozásáról szóló nemzetközi szerződést kihirdető törvény hatálybalépésének napján lép hatályba.

Dr. Vojnik Mária s. k.,
egészségügyi, szociális és családügyi minisztériumi
politikai államtitkár

1. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A kozmetikai termékekből történő mintavétel, a vizsgálati minták laboratóriumi előkészítése, a szabad nátrium- és kálium-hidroxid tartalmának azonosítása és meghatározása, az oxálsavak és alkálisóinak hajápolási termékekben történő azonosítása és meghatározása, a kloroform és a cink fogkrémekben történő meghatározása, továbbá a fenolszulfonsav azonosítása és meghatározása vizsgálati módszere

I. KOZMETIKAI TERMÉKEKBŐL TÖRTÉNŐ MINTAVÉTEL

1. Cél és alkalmazási terület

A kozmetikai termékek mintavételi eljárása a különböző laboratóriumokban történő vizsgálatuk céljából kerül leírásra.

2. Fogalommeghatározások

- 2.1. Elemi minta:
a értékesítésre szánt tételből vett mintaegység.
- 2.2. Összes minta:
az azonos tételszámmal rendelkező elemi minták összessége.
- 2.3. Laboratóriumi minta:
az összes mintának az egyes laboratóriumokban vizsgálandó reprezentatív része.
- 2.4. Vizsgálati minta:
a laboratóriumi mintából az egy elemzéshez szükséges reprezentatív adag.
- 2.5. Tárolóedény:
a terméket magába foglaló, vele folyamatosan, közvetlenül érintkező tárgy.

3. Mintavételi eljárás

- 3.1. A kozmetikai termékeket eredeti csomagolásukban mintázzák, és ilyen formában juttatják el az analitikai laboratóriumba.
- 3.2. A nem kimért adagokban kereskedelmi forgalomba hozott, vagy a kiskereskedelembe az eredeti csomagolástól eltérő tárolóedénybe átcsomagolt kozmetikai termékek esetében különleges mintavételi szabályok kerülnek megállapításra.
- 3.3. A laboratóriumi minta elkészítéséhez szükséges elemi minták számát az analitikai módszer és az egyes laboratóriumok által elvégzendő vizsgálatok száma határozza meg.

4. A minta azonosítása

- 4.1. A mintákat a mintavétel helyén lezárják, és a mintavétel helye szerinti tagállamban hatályban levő szabályoknak megfelelően azonosítással látják el.
- 4.2. Minden kivett elemi mintán a következő adatokat tartalmazó címkét helyeznek el:
 - a kozmetikai termék neve,
 - a mintavétel kelte, időpontja és helye,
 - a mintavételért felelős személy neve,
 - az ellenőrzést végző hatóság neve.
- 4.3. A mintavételről a mintavétel helye szerinti tagállamban hatályban levő szabályoknak megfelelő jegyzőkönyvet kell felvenni.

5. A minták tárolása

- 5.1. Az elemi mintákat a gyártó címkén szereplő tárolási utasításainak megfelelően kell tárolni.
- 5.2. Ha nem határoznak meg más körülményeket, a laboratóriumi mintákat sötét helyen, 10 °C és 25 °C között tárolják.
- 5.3. Az elemi mintákat csak a vizsgálat kezdetekor szabad kinyitni.

II. A VIZSGÁLATI MINTÁK LABORATÓRIUMI ELŐKÉSZÍTÉSE**1. Általános rendelkezések**

- 1.1. Ahol lehetséges, a vizsgálatot minden elemi mintán elvégzik, vagy – ha az elemi minta mennyisége túl kicsi – a szükséges legkisebb számú elemi mintát használják, és ezeket a vizsgálati minta kivétele előtt alaposan összekeverik.
- 1.2. A tárolóedényt – ha az analitikai módszer úgy kívánja inert gáz alatt – kinyitják, és a lehető leggyorsabban kiveszik a szükséges számú vizsgálati mintát, ezután késlekedés nélkül lefolytatják a vizsgálatot. Ha a mintát meg kell őrizni, az edényt ismét légmentesen le kell zárni inert gáz alatt.
- 1.3. A kozmetikai termékek háromféle halmazállapotban fordulhatnak elő: szilárd, félszilárd, folyékony. Előfordulhat, hogy az eredetileg homogén állapotú terméknel a különböző fázisok során szétválás tapasztalható. Ebben az esetben újra kell ezeket homogenizálni.
- 1.4. Amennyiben a kozmetikai termék különleges módon csomagolt, és emiatt nem lehet a fenti utasítások szerint eljárni, és megfelelő vizsgálati módszerek nem kerültek előírásra, elfogadható valamilyen egyedi eljárás alkalmazása, feltéve, hogy az analízisről készült jegyzőkönyvben ennek leírása szerepel.

2. Folyadékok

- 2.1. Ezek a termékek olajos, alkoholos és vizes oldatok, kölnivizek, krémek vagy tejek formájában fordulhatnak elő, és flakonokba, palackokba, ampullákba vagy tubusokba csomagolják őket.
- 2.2. Vizsgálati minta kivétele:
 - kinyitás előtt rázzuk össze erőteljesen a tárolóedényt,
 - nyissuk ki a tárolóedényt,
 - öntsünk néhány milliliter folyadékot a vizsgálatra szolgáló kémcsőbe, hogy a minta jellegzetességeinek szemrevételezésével kivegyük a vizsgálati mintát,
 - zárjuk vissza a tárolóedényt, vagy
 - vegyük ki a kívánt mennyiségű vizsgálati mintákat,
 - gondosan zárjuk vissza a tárolóedényt.

3. Félszilárd termékek

- 3.1. Ezek a termékek paszták, kenőcsök, sűrű emulziók és gélek formájában fordulhatnak elő, és tubusokba, műanyag palackokba vagy téglékbe csomagolják őket.
- 3.2. Vizsgálati minta kivétele:
Két eset lehetséges:
 - 3.2.1. szűknyakú tárolóedények esetében: Távolítsuk el a vizsgált termék legalább felső 1 cm-ét. Nyomjuk ki a vizsgálati mintát, majd azonnal zárjuk le a tartályt.
 - 3.2.2. széles nyakú tartályok esetében: A felső réteget egyenletesen kaparjuk le és távolítsuk el. Vegyük ki a vizsgálati mintát és azonnal zárjuk vissza a tárolóedényt.

4. Szilárd termékek

- 4.1. Ezek a termékek laza porok, kompakt porok, stiftek formájában fordulhatnak elő, és különféle tartóedényekbe csomagolhatják őket.
- 4.2. Vizsgálati minta kivétele:
Két eset lehetséges:
 - 4.2.1. laza porok esetén: a dugó kivétele vagy a tárolóedény kinyitása előtt erőteljesen rázzuk össze a port. Nyissuk ki és vegyük ki a vizsgálati mintát.
 - 4.2.2. tömörített por vagy stift esetén: egyenletesen kaparjuk le és távolítsuk el a felső réteget szilárd termékről, az így szabaddá váló részből vegyük ki a vizsgálati mintát.

5. Túlnyomásos csomagolásban forgalmazott termékek (aeroszolos flakonok)

- 5.1. Ezek definícióját a 75/324/EGK irányelv¹ 2. cikke tartalmazza.
- 5.2. Vizsgálati minta:
Az aeroszolos flakon erőteljes felrázását követően a flakon tartalmának reprezentatív mennyiségét, megfelelő összekötőelem segítségével (lásd például az 1. ábrát: különleges esetekben az analitikai módszer más összekötőelem használatát teheti szükségessé), egy aeroszol szeleppel ellátott, de bemerülő csövet nem tartalmazó műanyag bevonatú, áttetsző üvegpalackba (4. ábra) juttatjuk. Az átvitel során a flakont szeleppel lefelé kell tartani. Az átvitel után tartalma jól látható, és az alábbi négy eset valamelyikének megfelelően viselkedik:
 - 5.2.1. A flakon tartalma homogén oldat, amely közvetlenül vizsgálható.
 - 5.2.2. A flakon két fázisú aeroszol terméket tartalmaz. Az alsó fázisnak egy második továbbító flakonba történő leválasztását követően mindkét fázis vizsgálata elvégezhető. Az első flakont ilyenkor szeleppel lefelé kell tartani. Az esetek többségében ilyenkor gyakran az alsó a vizes fázis és nem tartalmaz hajtógázt (pl. bután/víz receptura).
 - 5.2.3. A flakon szuszpenzióban port tartalmaz. A fázis a por eltávolítását követően vizsgálható.
 - 5.2.4. Hab vagy krém. Először mérjük be pontosan a mintagyűjtő palackba 5-10 g 2-metoxi-etanol. Ez az anyag a gázmentesítés során megakadályozza a habképződést, és ezután folyadékvesztés nélkül elvégezhető a hajtógázok kihajtása.
- 5.3. Segédeszközök
Az összekötőelem (1. ábra) duralumíniumból vagy sárgaréz-ből készül. Úgy van kialakítva, hogy egy polietilén adapteren keresztül különböző szeleprendszerekhez csatlakoztatható. A bemutatott eszköz példaként szolgál; más összekötőelemek is használhatók (lásd a 2. és 3. ábrát). A mintagyűjtő palack (4. ábra) kívül átlátszó, műanyag védőréteggel bevont opálüvegből készül. 50–100 ml minta befogadására alkalmas. A palack egy bemerülő cső nélküli aeroszol szeleppel van ellátva.
- 5.4. Eljárás
Megfelelő mennyiségű vizsgálati minta befogadása érdekében a mintagyűjtő palackot légteleníteni kell. Ehhez az összekötőelemen keresztül vezessünk be körülbelül 10 ml diklór-difluor-metánt vagy butánt (a vizsgálandó aeroszol terméktől függően), majd a mintagyűjtő palackot szeleppel fölfelé tartva teljesen gázmentesítsük a folyadékfázis eltűnéséig. Vegyük le az összekötőelemet és mérjük le a mintagyűjtő palackot („a” gramm). Erőteljesen rázzuk föl az aeroszolos flakont, amelyből a mintavétel történik. Csatlakoztassuk az összekötőelemet a mintául szolgáló aeroszolos flakonon levő

¹ HL L 147. szám, 1975.06.09., 40. o.

szelephez (szelep fölfelé néz), illesszük a mintagyűjtő palackot (nyakkal lefelé) az összekötőelemhez, majd nyomjuk meg. Töltsük föl a mintagyűjtő palackot körülbelül kétharmad részig. Ha az átvitel a nyomás kiegyenlítődése miatt a kívánt szint elérése előtt megszűnik, a mintagyűjtő palack lehűtésével újra megindítható a folyamat. Vegyük le az összekötőelemet, mérjük meg a feltöltött palackot („b” gramm) és számítsuk ki az átvitt minta mennyiségét (m_1) ($m_1 = b - a$).

Az így kapott minta felhasználható:

1. a szokásos kémiai vizsgálat elvégzésére;
2. az illékony komponensek gázkromatográfiás analízisére.

5.4.1. Kémiai vizsgálat

A mintagyűjtő palackot szeleppel fölfelé tartva a következőképpen folytassuk a vizsgálatot:

- *gázmentesítés.* Ha a gázmentesítés habképződéssel jár, olyan mintagyűjtő palackot használjunk, amelybe az átvitelt megelőzően az összekötőelemen keresztül egy fecskendő segítségével pontosan lemért mennyiségű (5-10 g) 2-metoxi-etanol adagoltunk be,
- vigyázva, hogy anyagveszteség ne történjék, teljesen távolítsuk el az illékony alkotókat 40 °C-os vízfürdön rázatva a mintát. Vegyük le az összekötőelemet.
- ismét mérjük le a mintagyűjtő palackot („c” gramm) a maradék, mennyiségének meghatározásához (m_2) ($m_2 = c - a$),

(Megjegyzés: A maradék tömegének számítása során vonjuk le a bemért 2-metoxi-etanol tömegét.)

- a szelep levételével nyissuk ki a mintagyűjtő palackot,
- oldjuk fel a mintát hiánytalanul ismert mennyiségű, megfelelő oldószerben,
- a minta egy részéből végezzük el a kívánt vizsgálatot.

A számítási képletek:

$$R = \frac{r \times m_2}{m_1} \text{ és } Q = \frac{R \times P}{100},$$

ahol

m_1 = az aeroszol mennyisége a mintagyűjtő palackban;

m_2 = a maradék mennyisége 40 °C-on történő ráztatás után;

r = a vizsgált anyag százalékos aránya m_2 -ben (a megfelelő módszerrel meghatározva);

R = a vizsgált anyag százalékos aránya az aeroszol mintában;

Q = a vizsgált anyag összes tömege az aeroszolos flakonban;

P = a kiindulási aeroszolos flakon nettó tömege (elemi minta).

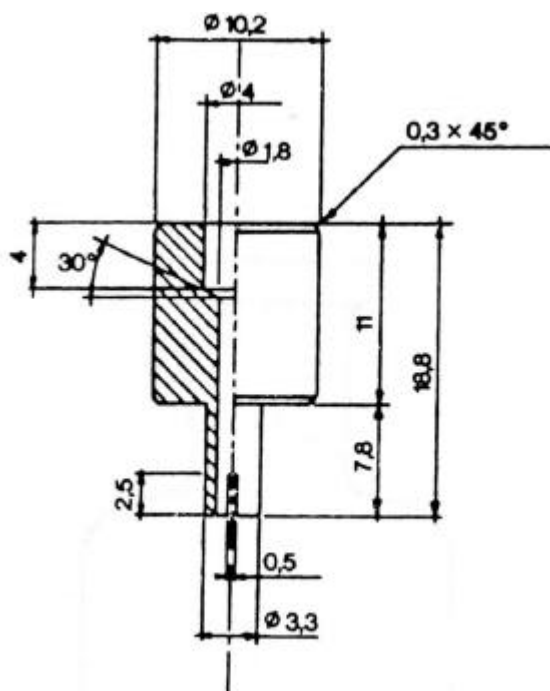
5.4.2. Az illékony komponensek gázkromatográfiás vizsgálata

5.4.2.1. Alapelv

Gázkromatográfiás fecskendővel vegyünk ki megfelelő mennyiségű anyagot a mintagyűjtő palackból. Ezután a fecskendőben található anyagot fecskendezzük be a gázkromatográfiás készülékbe.

5.4.2.2. Segédeszközök

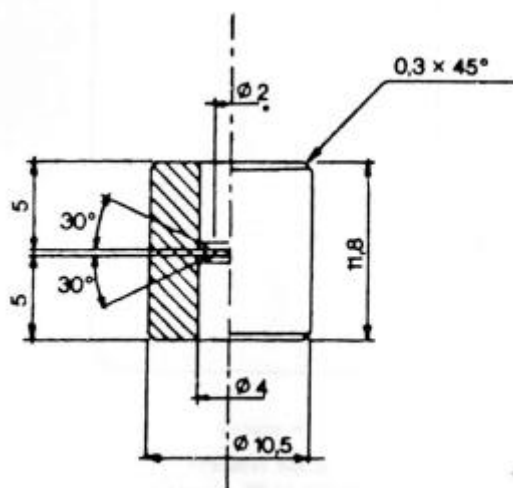
25 és 50 µl-es, A2 sorozatba tartozó „precíziós mintavételre” megjelölésű vagy ezzel egyenértékű gázkromatográfiás fecskendő (5. ábra). A fecskendő a tű felőli végénél egy



2. ábra

M₂ összekötőelem

Külső és belső menetes szelepek közötti átvitelre



3. ábra

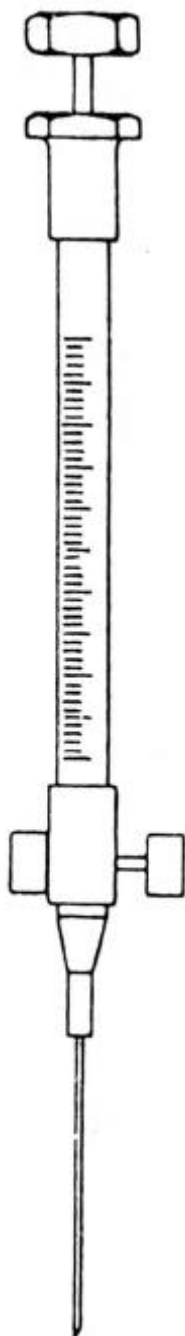
M₁ összekötőelem

két külső menetes szelep közötti átvitelre



4. ábra

Mintagyűjtő palack
űrtartalom 50-100 ml

*5. ábra***Gáznyomásos fecskendő**

III. SZABAD NÁTRIUM- ÉS KÁLIUM-HIDROXID MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA ÉS AZONOSÍTÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a jelentős mennyiségű szabad nátrium és/vagy kálium-hidroxidot tartalmazó kozmetikai termékek azonosítására, és a hajegyenesítő, valamint körömágybőr-eltávolító készítményekben az ilyen szabad nátrium- és/vagy kálium-hidroxid tartalom meghatározására szolgáló eljárást írja le.

2. Fogalommeghatározás

A szabad nátrium- és kálium-hidroxid tartalom a termék semlegesítéséhez szükséges sav mérő oldat térfogata meghatározott körülmények között. Az elért eredmény szabad nátrium-hidroxid formájában kerül megadásra.

3. Alapelv

A mintát vízben feloldjuk vagy diszpergáljuk és sav mérő oldattal titráljuk. A sav hozzáadása közben folyamatosan regisztráljuk a pH értékét: tiszta nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat esetében a végpontot a regisztrált pH érték változási sebességének maximuma egyértelműen meghatározza.

Az egyszerű titrálási görbét a következő anyagok jelenléte torzíthatja:

- a) ammónia és más gyenge szerves bázisok, amelyek titrálási görbéje meglehetősen lapos. Az ammónia eltávolítása szobahőmérsékleten csökkentett nyomáson történik;
- b) gyenge savak sói, amelyek titrálási görbéje több inflexiós pontot is tartalmazhat. Ilyenkor, több inflexiós pont esetén a görbének csupán az első inflexiós pontig tartó első szakasza felel meg a szabad nátrium- és kálium-hidroxidból származó hidroxil ionok semlegesítésének.

Létezik egy alternatív eljárás alkoholos oldatban történő titrálása esetére akkor, ha gyenge szervetlen savak sói túlzott mértékben zavarják a meghatározást.

Elméletileg ugyan fennáll a lehetősége, hogy más erős bázisok oldata, például lítium-hidroxid vagy kvaterner ammónium-hidroxid okozza a magas pH-t, ezek jelenléte azonban ilyen típusú kozmetikai termékekben erősen valószínűtlen.

4. Azonosítás

4.1. Reagensek

4.1.1. Lúgos standard puffer oldat, 25 °C-on pH = 9,18: 0,05 M nátrium-tetraborát-dekahidrát.

4.2. Eszközök

4.2.1. Szokásos laboratóriumi üvegeszközök

4.2.2. pH mérő

4.2.3. Üvegelektrod

4.2.4. Kalomel referencia elektród

4.3. Eljárás

A standard puffer oldat segítségével végezzük el az elektródok kalibrációját.

Készítsük el a vizsgálandó termék 10%-os vizes oldatát vagy diszperzióját és szűrjük meg. Mérjük meg a pH-t. Ha a pH 12 vagy azt meghaladó érték, mennyiségi meghatározást kell végezni.

5. Mennyiségi meghatározás**5.1. Titrálás vizes közegben****5.1.1. Reagens****5.1.1.1. 0,1 N sósav mérőoldat****5.1.2. Eszközök****5.1.2.1. Szokásos laboratóriumi üvegeszközök****5.1.2.2. pH mérő, lehetőleg regisztrálóval****5.1.2.3. Üvegelektrod****5.1.2.4. Kalomel referencia elektród****5.1.3. Eljárás**

Pontosan mérjük be 0,5–1,0 g vizsgálati mintát egy 150 ml-es főzőpohárba.

Amennyiben a mintában ammónia van, dobjunk néhány üveggyöngyöt a főzőpohárba, helyezzük a főzőpoharat vákuum exszikkátorba, és vízszugárszivattyúval vákuumozzuk, amíg az ammóniaszag meg nem szűnik (kb. három óra).

Adjunk hozzá 100 ml vizet, oldjuk fel vagy diszpergáljuk a maradékot, és titráljuk (5.1.1.1.) 0,1 N sósav oldattal, regisztrálva a pH változását (5.1.2.2.).

5.1.4. Számítás

Állapítsuk meg a titrálási görbék inflexiós pontjait. Az első inflexiós pontnál, amikor az 7 pH alatt található, a mintában nincs nátrium- és kálium-hidroxid.

Ha a görbén két vagy több inflexiós pont figyelhető meg, csak az első kell figyelembe venni.

Jegyezzük föl a titrálószer térfogatát az első inflexiós pontban.

Legyen „V” a titrálószer térfogata ml-ben

„M” a vizsgálati minta tömege grammban.

A minta nátrium- és/vagy kálium-hidroxid tartalmát% (m/m) nátrium-hidroxidban kifejezve az alábbi képlettel számítjuk ki:

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

Előfordulhat, hogy bár a jelek szerint a mintában jelentős mennyiségű nátrium- és/vagy kálium-hidroxid van jelen, a titrálási görbén mégsem fedezhető fel határozott inflexiós pont. Ilyen esetben a mennyiségi meghatározást izopropanolban kell megismételni.

5.2. Titrálás izopropanolban**5.2.1. Reagens****5.2.1.1. Izopropanol****5.2.1.2. 1,0 N sósav vizes mérőoldata****5.2.1.3. Az izopropanolos 0,1 N sósav oldat közvetlenül felhasználás előtt készítendő az 1,0 N vizes sósavoldat izopropanollal történő hígításával.****5.2.2. Eszközök****5.2.2.1. Szokásos laboratóriumi üvegeszközök****5.2.2.2. pH mérő, lehetőleg regisztrálóval****5.2.2.3. Üvegelektrod****5.2.2.4. Kalomel referencia elektród****5.2.3. Eljárás**

Pontosan mérjük be 0,5–1,0 g vizsgálati mintát egy 150 ml-es főzőpohárba. Amennyiben a mintában ammónia van, dobjunk néhány üveggyöngyöt a főzőpohárba, helyezzük a

főzőpoharat vákuum exsikkátorba, és vízsugárszivattyúval vákuumozzuk, amíg az ammóniaszag meg nem szűnik (kb. három óra).

Adjunk hozzá 100 ml izopropanolt, oldjuk fel vagy diszpergáljuk a vákuumozás maradékát, és titráljuk (5.2.1.3.) 0,1 N sósavas izopropanollal, regisztrálva a látszólagos pH változását (5.2.2.2.).

5.2.4. Számítás

Az 5.1.4. pontot szerint. Az első inflexiós pont helye 9 körüli látszólagos pH-nál van.

5.3. Ismételhetőség¹

Nátrium-hidroxidban kifejezve 5% (m/m) körüli nátrium- vagy kálium-hidroxid-tartalom esetén, az azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,25%-ot.

IV. OXÁLSAVNAK ÉS ALKÁLISÓINAK MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA ÉS AZONOSÍTÁSA HAJÁPOLÁSI TERMÉKEKBEN

1. Cél és alkalmazási terület

Az alábbiakban leírt módszer alkalmas oxálsavnak és alkálisóinak hajápolási termékben történő mennyiségi meghatározására és azonosítására. A módszer körülbelül 5% oxálsavat vagy ezzel azonos mennyiségű alkáli-oxalátot tartalmazó színtelen, vizes/alkoholos oldatok és bőrlemosó-folyadékok esetében alkalmazható.

2. Fogalommeghatározás

A minta oxálsav és/vagy alkáli-oxalát tartalmát ennek az eljárásnak megfelelően adjuk meg, és a szabad oxálsav tömegszázalékban (m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

Az esetleg jelenlevő anionos felületaktív anyagok p-toluidin hidro-kloriddal történő eltávolítását követően az oxálsavat és/vagy az oxalátokat kalcium-oxalát formájában kicsapjuk, majd az oldatot szűrjük. A csapadékot kénsavban feloldjuk és kálium-permanganáttal titráljuk.

4. Reagensok

Valamennyi reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. 5% (m/m) ammónium-acetát oldat
- 4.2. 10% (m/m) kalcium-klorid oldat
- 4.3. 95%-os (V/V) etanol
- 4.4. szén-tetraklorid
- 4.5. dietil-éter
- 4.6. 6,8% (m/m) p-toluidin-dihidroklorid oldat
- 4.7. 0,1 N kálium-permanganát oldat
- 4.8. 20% (m/m) kénsav
- 4.9. 10% (m/m) sósav
- 4.10. nátrium-acetát-trihidrát
- 4.11. jégecet
- 4.12. (1:1) kénsav
- 4.13. telített bárium-hidroxid oldat

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

5. Eszközök

- 5.1. 500 ml-es választótölcsér
- 5.2. 50 ml-es és 600 ml-es főzőpohár
- 5.3. G-4 üvegszűrő
- 5.4. 25 ml-es és 100 ml-es mérőhenger
- 5.5. 10 ml-es pipetta
- 5.6. 500 ml-es szívópalack
- 5.7. Vízszugárszivattyú
- 5.8. 0–100 °C közötti beosztású hőmérő
- 5.9. Fűthető mágneses keverő
- 5.10. Teflonbevonatú mágneses keverő pálcák
- 5.11. 25 ml-es büretta
- 5.12. 250 ml-es Erlenmeyer lombik

6. Eljárás

- 6.1. Mérjük be 6–7 g mintát egy 50 ml-es főzőpohárba, állítsuk be pH-ját 3-ra hígított sósavval (4.9.) és mossuk be 100 ml desztillált vízzel egy választótölcsérbe. Ezután adjunk hozzá 25 ml etanolt (4.3.), 25 ml p-toluidin-dihidroklorid (4.6.) oldatot és 25–30 ml széntetrakloridot (4.4.), majd erőteljesen rázzuk össze a keveréket.
- 6.2. A fázisok szétválása után távolítsuk el az alsó (szerves) fázist, ismételjük meg az extrakciót a 6.1. pontban leírt reagensekkel és újra távolítsuk el a szerves fázist.
- 6.3. Mossuk a vizes oldatot egy 600 ml-es főzőpohárba, és az oldat forralásával távolítsuk el a visszamaradt szén-tetrakloridot.
- 6.4. Adjunk hozzá 50 ml ammónium-acetát (4.1.) oldatot, forraljuk az (5.9.) oldatot, és keverjük be 10 ml forró kalcium-klorid (4.2.) oldatot a forrásban levő oldatba; hagyjuk kiüledni a csapadékot.
- 6.5. Ellenőrizzük, hogy teljes-e a csapadék leválása néhány csepp kalcium-klorid (4.2.) oldat hozzáadásával, hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre, majd keverjük bele 200 ml etanolt (4.3.); (5.10.), hagyjuk állni 30 percet.
- 6.6. Szűrjük a folyadékot (5.3.) üvegszűrő tégelyen. Vigyük át a csapadékot kismennyiségű forró vízzel (50–60 °C) a szűrőtégelybe, és mossuk a csapadékot hideg vízzel.
- 6.7. Mossuk a csapadékot ötször, kismennyiségű etanollal (4.3.), majd ötször kismennyiségű dietil-éterrel (4.5.), és oldjuk fel 50 ml forró kénsavban (4.8.) úgy, hogy utóbbit vákuummal átszívadjuk a szűrőtégelyen.
- 6.8. Vigyük át az oldatot veszteség nélkül egy (5.12.) Erlenmeyer lombikba, majd titráljuk kálium-permanganát (4.7.) oldattal halvány rózsaszín szín megjelenéséig.

7. Számítás

A minta tömegszázalékban kifejezett oxálsav-tartalmát az alábbi képlettel számítjuk:

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

ahol:

A 0,1 N kálium-permanganát fogyása a 6.8. pont szerint mérve

E a (6.1.) vizsgálati minta mennyisége grammal;

4,50179 az oxálsav átszámítási faktora.

8. Ismételhetőség¹

5% (m/m) körüli oxálsav tartalom esetén az azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értékben nem haladhatja meg a meg a 0,15%-ot.

9. Azonosítás**9.1. Alapelv**

Az oxálsavat és/vagy az oxalátokat kalcium-oxalát formájában kicsapatjuk és kénsavban feloldjuk. Az oldathoz kevés kálium-permanganát oldatot adunk, amely széndioxid képződése közben elszíntelenedik. A keletkező széndioxidot bárium-hidroxid oldaton átengedve fehér (tejszerű) bárium-karbonát csapadék képződik.

9.2. Eljárás

9.2.1. A vizsgálandó minta egy részét kezeljük a 6.1–6.3. pontokban leírtaknak megfelelően; ez a művelet sor eltávolítja az esetleg jelenlevő detergenset.

9.2.2. Adjunk egy spatulahegynyi (4.10.) nátrium-acetátot a 9.2.1. pontnak megfelelően kapott oldat 10 ml-éhez, és savasítsuk az oldatot néhány csepp (4.11.) jégecettel.

9.2.3. Adjunk hozzá 10%-os kalcium-klorid (4.2.) oldatot és szűrjük le. Oldjuk fel a kalcium-oxalát csapadékot 2 ml (1:1) (4.12.) kénsavban.

9.2.4. Vigyük át az oldatot egy kémcsőbe, és adjunk hozzá cseppenként körülbelül 0,5 ml 0,1 N kálium-permanganát (4.7.) oldatot. Oxalát jelenlétében az oldat színe előbb fokozatosan halványul, majd gyorsan elszíntelenedik.

9.2.5. A kálium-permanganát hozzáadását követően azonnal helyezzünk egy megfelelő méretű dugós üvegcsövet a kémcső fölé, enyhén melegítsük föl a tartalmát, és gyűjtsük össze a képződött széndioxidot a telített bárium-hidroxid (4.13.) oldatba. A három-öt perc után megjelenő tejszerű bárium-karbonát felhő oxálsav jelenlétére utal.

V. KLOROFORM MEGHATÁROZÁSA FOGKRÉMBEN**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer a fogkrém kloroformtartalmának gázkromatográfiás meghatározását írja le. A módszer legfeljebb 5% kloroformtartalom meghatározására alkalmas.

2. Fogalommeghatározás

A módszerrel meghatározott kloroformtartalmat a termék tömegszázalékban adjuk meg.

3. Alapelv

A fogkrémet olyan dimetil-formamid metanol elegyben szuszpendáljuk, amihez belső standardként ismert mennyiségű acetonitrilt adunk. Centrifugálás után a folyadékfázisból kivett mintát gázkromatografáljuk, és kiszámítjuk annak kloroformtartalmát.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. 80–100 mesh szemcseméretű Porapak Q, szirén-divinil-benzil 101 (Chromosorb) vagy ezekkel egyenértékű töltet

4.2. Acetonitril

4.3. Kloroform

¹ ISO 5725 szabvány szerint

- 4.4. Dimetil-formamid
- 4.5. Metanol
- 4.6. Belső standard oldat
Pipetázzunk 5 ml dimetil-formamidot (4.4.) egy 50 ml-es mérőlombikba, és adjunk hozzá 300 mg (M mg) pontosan mért acetonitrilt. Töltsük föl a jelig dimetil-formamiddal és keverjük össze.
- 4.7. A relatív válaszjel faktor meghatározására szolgáló oldat. Pipetázzunk pontosan 5 ml belső standard oldatot (4.6.) egy 10 ml-es mérőlombikba, és adjunk hozzá 300 mg (M mg) pontosan mért kloroformot. Töltsük föl a jelig dimetil-formamiddal és keverjük össze.

5. Eszközök

- 5.1. Analitikai mérleg
- 5.2. Gázkromatográf lángionizációs detektorral felszerelve
- 5.3. 5–10 ml-es, 0,1 ml beosztású mikrofecskendők
- 5.4. 1, 4 és 5 ml-es hasas pipetta
- 5.5. 10 és 50 ml-es mérőlombik
- 5.6. Körülbelül 20 ml-es, menetes kupakkal rendelkező, Sovirel France No. 20 típusú vagy ezzel egyenértékű próbacsövek.
A menetes kupak egyik oldalán teflonbevonatú belső tömítőlappal rendelkezik.
- 5.7. Centrifuga.

6. Eljárás

- 6.1. Gázkromatográfiás körülmények
 - 6.1.1. Oszlop anyaga: üveg,
Hossza: 150 cm
Belső átmérő: 4 mm
Külső átmérő: 6 mm.
 - 6.1.2. Töltsük meg a oszlopot Porapak Q, sztirén-divinil-bentén 101 (Chromosorb) vagy ezekkel egyenértékű (4.1.) 80–100 mesh szemcseméretű töltettel.
 - 6.1.3. Lángionizációs detektor: úgy állítsuk be az érzékenységet, hogy a 4.7. pontban ismertetett oldat 3 µl-ét befecskendezve az acetonitril csúcs magassága a teljes fokbeosztásnak körülbelül háromnegyedénél legyen.
 - 6.1.4. Gázok
Vivőgáz: nitrogén, áramlási sebesség 65 ml/perc.
Kisegítő gáz: állítsuk be a lángionizációs detektorhoz áramló gázok térfogatáramát úgy, hogy a levegő vagy oxigén térfogatárama a hidrogénének 5-10-szerese legyen.
 - 6.1.5. Hőmérsékletek

Injektor blokk	210 °C
Detektor blokk	210 °C
Oszlop	175 °C
 - 6.1.6. Papírdiagram sebessége:
kb. 100 cm/óra
- 6.2. Mintaelőkészítés
Olyan tubusból vegyük a vizsgálati mintát, amely még nem volt kinyitva. Nyomjuk ki a tubus tartalmának egyharmadát, ezután tegyük vissza a kupakot, gondosan keverjük össze a tubus tartalmát, majd vegyük ki a vizsgálati mintát.

6.3. Mennyiségi meghatározás

- 6.3.1. Egy csavaros kupakkal ellátott (5.6.) csőbe mérjük ki 10 mg pontossággal 6-7 grammot (M_0 g) a 6.2. pontnak megfelelően előkészített fogkrémből, majd adjunk hozzá három kis üveggyöngyöt.
- 6.3.2. Pipetázzunk pontosan 5 ml belső standard oldatot (4.6.), 4 ml dimetil-formamidot (4.4.) és 1 ml metanolt (4.5.) a kémcsőbe, zárjuk le és keverjük össze a tartalmát.
- 6.3.3. Mechanikus rázógépen rázassuk fél órán keresztül, majd 15 percig centrifugáljuk a lezárt csövet olyan fordulatszámon, hogy a fázisok teljesen szétváljanak.
Megjegyzés: Időnként előfordul, hogy a folyadékfázis a centrifugálást követően is zavaros. Némi javulás érhető el, ha 1-2 gramm nátrium-kloridot adunk a folyadékfázishoz, hagyjuk leülepedni, majd centrifugáljuk.
- 6.3.4. Fecskendezzünk 3 μ l-t ebből a (6.3.3.) oldatból a 6.1. pontban leírt körülmények között. Ismételjük meg a műveletet. A fenti körülmények között tájékoztató jelleggel az alábbi retenciós idők adhatók meg:
metanol körülbelül egy perc
acetonitril körülbelül 2,5 perc
kloroform körülbelül hat perc
dimetil-formamid > 15 perc
- 6.3.5. A relatív válaszjel faktor meghatározása
Fecskendezzük be a 4.7. pont szerinti oldat 3 μ l-ét a faktor meghatározása céljából. Ismételjük meg a műveletet. A relatív válaszjel faktort naponta határozzuk meg.

7. Számítások

- 7.1. A relatív válaszjel számítása
- 7.1.1. Mérjük le az acetonitril és kloroform csúcsok magasságát és a magasság felénél ezek szélességét, majd számítsuk ki a két csúcs területét a következő képlet szerint: magasság szorozva a magasság felénél mért szélességgel.
- 7.1.2. Határozzuk meg az acetonitril és kloroform csúcsok területét a 6.3.5. szakasznak megfelelően felvett kromatogramokon, és számítsuk ki a relatív válaszjelet, f_s , a következő képlet segítségével:

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

ahol:

f_s = a kloroform relatív válaszjel faktora;

A_s = a kloroform csúcs területe (6.3.5)

A_i = az acetonitril csúcs területe (6.3.5);

M_s = a kloroform mennyisége a 6.3.5. szakaszban említett 10 ml oldatban, mg-ban
(= M_1)

M_i = az acetonitril mennyisége a 6.3.5. szakaszban említett 10 ml oldatban, mg-ban
(= $1/10 M$).

Számítsuk ki a kapott értékek átlagát.

7.2. A kloroform tartalom számítása

- 7.2.1. A 6.3.4. szakaszban leírt eljárásban kapott kromatogramokon a 7.1.1. szakasznak megfelelően számítsuk ki a kloroform és acetonitril csúcsok területét.

7.2.2. Számítsuk ki a fogkrém kloroformtartalmát a következő képlettel:

$$\%X = \frac{A_s \cdot M_i}{f_s \cdot M_{sx} \cdot A_i} \cdot 100\% = \frac{A_s \cdot M}{f_s \cdot A_i \cdot M_0 \cdot 100},$$

ahol

%X = fogkrém kloroformtartalma tömegszázalékban kifejezve;

A_s = a kloroform csúcs területe (6.3.5.);

A_i = az acetonitril csúcs területe (6.3.5.);

M_{sx} = a 6.3.1. szakaszban említett minta tömege mg-ban (1000 · M₀);

M_i = az acetonitril mennyisége a 6.3.2. pontnak megfelelően kapott oldat 10 ml-ében, mg-ban (= 1/10 M).

Számítsuk ki a kapott értékek átlagát, és az eredményt adjuk meg 0,1% pontossággal.

8. Ismételhetőség¹

3% (m/m) körüli kloroformtartalom esetén az azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,3%-ot.

VI. CINK MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a cink klorid, szulfát vagy 4-hidroxi-benzol-szulfonát formájában vagy ezeknek a cinksóknak a kozmetikumokban asszociátumaként előforduló meghatározására alkalmas.

2. Fogalommeghatározás

A minta cinktartalmát bis-(2-metil-8-kinolil-oxid) só formájában gravimetrikusan határozzuk meg, és az eredményt a minta tömegére vonatkoztatva tömegszázalékban adjuk meg.

3. Alapelv

Az oldatban jelenlevő cinket savas közegben kicsapatjuk cink-bis-(2-metil-8-kinolil-oxid) formájában. Szűrés után a csapadékot szárítjuk és megmérjük.

4. Reagensok

Valamennyi reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. 25%-os (m/m) tömény ammónia oldat; $d \frac{20}{4} = 0,91$

4.2. Jégecet

4.3. Ammónium-acetát

4.4. 2-metil-kinolin-8-ol

4.5. 6%-os (m/V) ammónia oldat

Tegyünk 240 g tömény ammónia (4.1.) oldatot egy 1000 ml-es mérőlombikba, töltsük föl a jelig desztillált vízzel és keverjük össze.

¹ ISO 5725 szabvány szerint

- 4.6. 0,2 M ammónium-acetát oldat
Oldjunk fel 15,4 g ammónium-acetátot (4.3.) desztillált vízben, töltsük jelig egy 1000 ml-es mérőlombikban és keverjük össze.
- 4.7. 2-metil-kinolin-8-ol oldat
Oldjunk fel 5 g 2-metil-kinolin-8-ol-t 12 ml jégecetben, és desztillált vízzel mossuk egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük föl a jelig desztillált vízzel és keverjük össze.

5. Eszközök

- 5.1. 100 ml-es és 1000 ml-es mérőlombik
5.2. 400 ml-es főzőpohár
5.3. 50 ml-es és 150 ml-es mérőhenger
5.4. 10 ml-es mérő-pipetta
5.5. G-4 üvegszűrő tégely
5.6. 500 ml-es szívópalack
5.7. Vízszugárszivattyú
5.8. 0–100 °C közötti beosztású hőmérő
5.9. Deszikkátor megfelelő szárítószerrel és páratartalom jelzővel, pl. szilikagél vagy ezzel egyenértékű
5.10. 150 ± 2 °C-ra szabályozható hőmérsékletű szárítószekrény
5.11. pH mérő
5.12. Főzőlap.
5.13. Szűrőpapír, 4. sz. Whatman-papír vagy azzal egyenértékű

6. Eljárás

- 6.1. Egy 400 ml-es főzőpohárba mérjük be 5–10 g (M gramm) vizsgálandó mintát úgy, hogy a cinktartalom 50–100 mg között legyen, adjunk hozzá 50 ml desztillált vizet és keverjük össze.
- 6.1.1. Szűrjük le, ha szükséges vákuum-szivattyú segítségével, és a szűrletet fogjuk fel.
- 6.1.2. Az extrakciós lépést még 50 ml desztillált vízzel ismételjük meg. Szűrjük le és a szűrleteket öntsük össze.
- 6.2. A (6.1.2.) oldatban levő cink minden 10 mg-jára számítva adjunk hozzá 2 ml 2-metil-kinolin-8-ol oldatot (4.7.) és keverjük össze.
- 6.3. Hígítsuk a keveréket 150 ml desztillált vízzel, melegítsük 60 °C-ig (5.12.) és folyamatos keverés közben adjunk hozzá 45 ml 0,2 M ammónium-acetát oldatot (4.6.).
- 6.4. A 6%-os ammóniaoldattal (4.5.) folyamatos keverés mellett állítsuk be az oldat pH-ját 5,7–5,9 közé; az oldat pH-ját a pH mérővel mérjük.
- 6.5. Hagyjuk az oldatot állni 30 percig. Szűrjük vízszugárszivattyú segítségével egy előzőleg kiszárított (150 °C) és lemért G4-es szűrőn, majd mossuk a csapadékot 150 ml 95 °C-os desztillált vízzel.
- 6.6. Helyezzük a tégelyt 150 °C-ra szabályozott hőmérsékletű szárítószekrénybe és szárítsuk egy órán át.
- 6.7. Vegyük ki a tégelyt a szárítószekrényből, tegyük (5.9.) exszikkátorba és amikor elérte a szobahőmérsékletet, mérjük meg a tömegét (M_1 gramm).

7. Számítás

Számítsuk ki a minta százalékos (% m/m) cinktartalmát a következő képlet segítségével:

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

ahol:

M = a 6.1. szakasznak megfelelően vett minta tömege grammban;

M₀ = az üres, kiszáritott szűrőtégely tömege grammban (6.5.);

M₁ = a csapadékot tartalmazó szűrőtégely tömege grammban (6.7.);

8. Ismételhetőség¹

1% (m/m) körüli cinktartalom esetén az azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,1%-ot.

VII. 4-HIDROXI-BENZOL-SZULFONSAV MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA ÉS AZONOSÍTÁSA**1. Cél és alkalmazási terület**

A módszer 4-hidroxi-benzol-szulfonsav meghatározására és azonosítására alkalmas kozmetikai termékekben, például aeroszolakban és arcvizekben.

2. Fogalommeghatározás

Ezzel a módszerrel meghatározott 4-hidroxi-benzol-szulfonsav tartalmat vízmentes cink-4-hidroxi-benzol-szulfonát sóként fejezzük ki, és a termék tömegszázalékban adjuk meg.

3. Alapelv

A vizsgálati mintát csökkentett nyomás mellett betöményítjük, feloldjuk vízben és kloroformos extrakcióval tisztítjuk. A 4-hidroxi-benzol-szulfonsav tartalom meghatározása a szűrt vizes oldatból kivett aliquot jodometrikus titrálásával történik.

4. Reagensok

Valamennyi reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. 36%-os (m/m) tömény sósav; ($d_{\frac{20}{4}} = 1,18$)

4.2. Kloroform

4.3. Bután-1-ol

4.4. Jégecet

4.5. Kálium-jodid

4.6. Kálium-bromid

4.7. Nátrium-karbonát

4.8. Szulfanilsav

4.9. Nátrium-nitrit

4.10. 0,1 N kálium-bromát

4.11. 0,1 N nátrium-tioszulfát oldat

4.12. 1% (m/V) vizes keményítő oldat

¹ ISO 5725 szabvány szerint

- 4.13. 2% (m/V) nátrium-karbonát vizes oldat
- 4.14. 4,5% (m/V) nátrium-nitrit vizes oldat
- 4.15. 0,05% (m/V) ditizon kloroformos oldata
- 4.16. Előhívó szer: bután-1-ol/jégecet/víz (4:1:5 térfogatarányban); választótölcsérben történő összekeverést követően távolítsuk el az alsó fázist.
- 4.17. Pauly reagens
Oldjunk fel 4,5 g szulfanilsavat (4.8.) 45 ml tömény sósavban (4.1.) melegítés közben, és hígítsuk az oldatot vízzel 500 ml-re. Az oldat 10 ml-ét hűtsük le jeges vízzel egy edényben, és keverés közben adjunk hozzá 10 ml hideg nátrium-nitrit oldatot (4.14.). Hagyjuk állni 15 percig 0 °C-on (e hőmérsékleten az oldat 1-3 napig eltartható) és közvetlenül a lefújása előtt (7.5.) adjunk hozzá 20 ml nátrium-karbonát (4.13.) oldatot.
- 4.18. Készgyártmány vékonyréteg-kromatográfiás cellulóz lapok: méret 20 x 20 cm, az adszorbens réteg vastagsága 0,25 mm.

5. Eszközök

- 5.1. 100 ml-es gömblombik csiszolt üveg dugóval
- 5.2. 100 ml-es választótölcsér
- 5.3. 250 ml-es Erlenmeyer-lombik csiszolt dugóval
- 5.4. 25 ml-es büretta
- 5.5. 1, 2 és 10 ml-es hasas pipetta
- 5.6. 5 ml-es mérőpipetta
- 5.7. 10 µl-es, 0,1 µl beosztású fecskendő
- 5.8. 0–100 °C közötti beosztású hőmérő
- 5.9. Fűthető vízfürdő
- 5.10. Jól szellőző, 80 °C-ra termostálható szárítószekrény
- 5.11. Vékonyréteg-kromatográfia szokásos eszközei

6. Mintaelőkészítés

A hidroxibenzol-szulfonsav aeroszolakban történő azonosítására és mennyiségi meghatározására szolgáló, alábbiakban leírt módszerben az aeroszolos dobozból légköri nyomáson elpárolgó oldószerek és a hajtógázok felszabadulása után kapott maradékot használjuk.

7. Azonosítás

- 7.1. A mikrofecskendővel (5.7.) vigyünk fel 5-5 µl-t a maradékból (6) vagy a mintából a vékonyréteg-kromatográfiás lap (4.18.) alsó szélétől 1 cm távolságra levő alapvonalra, összesen hat helyre.
- 7.2. Helyezzük a lapot az előhívó szert tartalmazó előhívó kádba (4.16.), és addig végezzük az előhívást, amíg az oldószerfront a kiindulástól számított 15 cm távolságra nem jut.
- 7.3. Vegyük ki a lapot a kádból és szárítsuk 80 °C-on, amíg az ecetsav szag meg nem szűnik. Fújjuk le a lapot nátrium-karbonát (4.13.) oldattal, és levegőn szárítsuk meg.
- 7.4. Fedjük le a lap egyik felét egy üveglappal, és a fedetlen részt fújjuk le 0,05%-os ditizon (4.15.) oldattal. Bíborvörösbe hajló piros foltok megjelenése a kromatogramon cinkionok jelenlétére utal.
- 7.5. Ezt követően fedjük le a lap eddig fedetlen részét egy üveglappal és fújjuk le a másik felét a Pauly reagenssel (4.17.). A kromatogramon 0,26 R_f értéknél látható sárgásbarna foltok 4-hidroxibenzol-szulfonsav jelenlétére, míg a 0,45 R_f értéknél látható sárga foltok 3-hidroxibenzol-szulfonsav jelenlétére utalnak.

8. Mennyiségi meghatározás

- 8.1. Mérjük be 10 g mintát vagy maradékot (6) egy 100 ml-es gömblombikba, helyezzük 40 °C-os vízfürdőbe és rotadeszten pároljuk majdnem teljesen szárazra vákuum alatt.
- 8.2. Pipetázzunk 10,0 ml vizet (V_1) a lombikba, és melegítés közben oldjuk fel a bepárlási maradékot (8.1.).
- 8.3. Vigyük át az oldatot veszteség nélkül egy választótölcsérbe (5.2.) és vonjuk ki a vizes oldatot kétszer 20 ml kloroformmal (4.2.). Az kivonás után dobjuk el a kloroformos fázist.
- 8.4. Szűrjük le az oldatot redős szűrőn. A várt hidroxibenzol-szulfonsav-tartalomtól függően pipetázzuk a szűrlet 1,0–2,0 ml-ét (V_2) egy (5.3) 250 ml-es Erlenmeyer lombikba, majd hígítsuk 75 ml-re vízzel.
- 8.5. Adjunk hozzá 2,5 ml 36%-os sósavat (4.1.) és 2,5 g káliumbromidot (4.6.) keverjük össze, és melegítsük vízfürdőn 50 °C-os hőmérsékletre az oldatot.
- 8.6. Egy bürettából adjunk hozzá annyi 0,1 N káliumbromátot (4.10.), hogy a változatlanul 50 °C-os oldat színe sárgára változzon.
- 8.7. Adjunk hozzá még 3,0 ml káliumbromát (4.10.) oldatot, zárjuk a lombikot a dugóval, és melegítsük további 10 percen át 50 °C-os vízfürdőn. Amennyiben 10 perc múlva az oldat elveszíti a színét, adjunk hozzá még 2,0 ml káliumbromát (4.10.) oldatot, zárjuk a lombikot a dugóval és melegítsük további 10 percen át 50 °C-os vízfürdőn. Jegyezzük le a hozzáadott káliumbromát oldat összes mennyiségét (a).
- 8.8. Hűtsük le az oldatot szobahőmérsékletre, adjunk hozzá 2 g káliumjodidot (4.5.) és keverjük össze.
- 8.9. Titráljuk a keletkező jódot 0,1 N nátrium-tioszulfát (4.11.) oldattal. A titrálás vége felé indikátorként adjunk az oldathoz néhány csepp keményítő oldatot. Jegyezzük fel a nátrium-tioszulfát oldat fogyását (b).

9. Számítás

A minta vagy a maradék (6) cink-hidroxibenzol-szulfonsav tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlettel számítjuk:

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

ahol:

- a = a hozzáadott 0,1 N káliumbromát oldat összes mennyisége milliliterben (8.7.),
- b = a visszatitráláshoz fogyott 0,1 N nátrium-tioszulfát oldat mennyisége milliliterben (8.9.).
- m = a vizsgált termék vagy maradék mennyisége milligrammban (8.1.).
- V_1 = a 8.2. pontnak megfelelően kapott oldat térfogata milliliterben.
- V_2 = a vizsgálatához felhasznált oldott bepárlási maradék térfogata (8.4.) milliliterben.

Megjegyzés: Aeroszolak esetében a maradék (6)%-ban (m/m) kifejezett mérési eredményét át kell számítani az eredeti termék mennyiségre. Az átszámítással kapcsolatban lásd az aeroszolak mintavételi szabályainak leírását.

10. Ismételhetőség¹

5% (m/m) körüli cink-hidroxi-benzol-szulfonát-tartalom esetén az azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti különbség abszolút értékben nem haladhatja meg a 0,5%-ot.

11. Az eredmények értelmezése

A kozmetikai termékekre vonatkozó irányelv szerint a cink-4-hidroxi-benzol-szulfonát legnagyobb megengedett koncentrációja arclemosókban és dezodorokban 6% (m/m). Ez a megfogalmazás azt jelenti, hogy a hidroxi-benzol-szulfonsav-tartalom mellett a cink tartalmát is meg kell határozni. A számított cink-hidroxi-benzol-szulfonát tartalmát (9) 0,1588-kal megszorozva megkapjuk azt a minimális cinktartalmat, ami biztosan jelen van a termékben annak hidroxi-benzol-szulfonsav tartalma miatt. A gravimetrikusan meghatározott cinktartalom azonban ennél nagyobb is lehet, mert a kozmetikai termékek cink-kloridot és cink-szulfátot is tartalmazhatnak (lásd az erre vonatkozó előírásokat).

(A 80/1335/EGK első irányelv alapján)

¹ Lásd ISO 5725.

2. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A kozmetikai termékekben lévő oxidálószer azonosításának, a hidrogén-peroxid kozmetikai hajápolási termékekben történő mennyiségi meghatározásának, bizonyos oxidáló színezékek hajfestékekben történő azonosításának és félkvantitatív meghatározásának, nitrit azonosításának és mennyiségi meghatározásának, a szabad formaldehid azonosításának és mennyiségi meghatározásának, a rezorcin samponokban és hajszeszekben történő mennyiségi meghatározásának és a metanol etanolra vagy propán-2-olra vonatkoztatott mennyiségi meghatározásának vizsgálati módszere

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 tartalmazzak a jodidokat jóddá alakító más oxidálószereket. A hidrogén-peroxid jodometriás mennyiségi meghatározását ezért meg kell előznie a mintában előforduló egyéb oxidálószer 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 papír kromatográfiával 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 referencia oldata:

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 oldószers „A”, 80%-os (v/v) etanol

2.3. Előhívó oldószers „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 papír-kromatográfia 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**
Szuszpendáljuk 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 papír-kromatográfia végrehajtásához tegyünk megfelelő mennyiségű A (2.2.) és B (2.3.) oldószert egy-egy kromatográfiás kádba. Legalább 24 órán át telítsük a kromatográfiás kádkat oldószergőzőkkel.
- 5.2. Vigyünk fel 1-1 µl-t a 4. és 2.1. pontnak megfelelően előkészített minta- és referencia oldatokból egy 40 cm hosszúságú és 20 cm szélességű vagy más megfelelő méretű kromatográfiás papírcsík (3.1.) (Whatman 3 vagy ezzel egyenértékű) kiinduló 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 futtatjuk, amíg az oldószerfront az alapvonalától 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 oldószerben. Kromatografáljuk, amíg az oldószerfront 35 cm-re távolodik az alapvonalától (körülbelül 5 óra).
- 5.5. A előhívás után vegyük ki a kádból a kromatográf papírcsíkokat és szárítsuk meg levegőn.
- 5.6. A foltok előhívásához fújjuk 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 referencia anyagok (2.1.) Rf értékei hozzávetőlegesen a következők:

	<i>előhívó oldószer</i> A(2.2.)	<i>előhívó oldószer</i> B(2.3.)
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 bárium-ion jelenlétének kimutatásával azonosítjuk:

- ha (A) perszulfátok nincsenek jelen, híg kénsavnak a savas mintaoldat (B.4.1.) egy részéhez történő hozzáadása esetén fehér bárium-szulfát csapadék képződik. A bárium ion 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 feltárással és sósavban történő oldás után a bárium-ionok jelenlétét a (B.4.2.3.) oldadék oldatában papír kromatográfiával és/vagy a bárium-szulfát lecsapódásával 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 dinátrium sójának 0,1%-os (m/V) vizes oldata, amely 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
3.5. Felszálló papír-kromatográfia szokásos eszközei

4. Mintaelőkészítés

- 4.1. Perszulfátokat nem tartalmazó termékek
4.1.1. Szuszpendáljunk 2 g terméket 50 ml vízben, és sósavval (B.2.3.) állítsuk be 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 kicsapatasán alapuló azonosítás során.
4.2. Perszulfátokat tartalmazó termékek
4.2.1. Szuszpendáljunk 2 g terméket 50 ml vízben és szűrjük le.
4.2.2. Adjunk 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 szobahőmérsékletűre, 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 lecsapatasán alapuló azonosítás során.

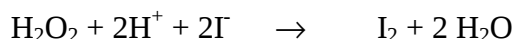
5. Eljárás

- 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 vigyük 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 referencia oldatból.
5.3. Szárítsuk meg a minta- és referencia-foltokat levegőn. A futtatást addig folytassuk, amíg az oldószerfront a függőleges irányban 30 cm magasságig 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. előhívószerszel. Bárium jelenlétében, körülbelül 0,10 R_f 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 jódnátrium-tioszulfátos titrálassal 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. Reagensok

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) keményítő oldat

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 vakpróba, a 10 ml mintaoldat helyett használjunk 10 ml vizet. Jegyezzük fel a 0,1 N nátrium-tioszulfát fogyását a vak meghatározásban (Vo ml).

6. Számítás

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

$$\begin{aligned}\% \text{ hidrogén-peroxid} &= \frac{(V - V_o) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1000} = \\ &= \frac{(V - V_o) \times 4,252}{m},\end{aligned}$$

ahol:

m = a vizsgált termék mennyisége (5.1.),

Vo = 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. Ismételhetőség¹

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.

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)
<i>α-Naftol</i>	(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 referencia anyagok kromatogramjával.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Vízmentes etanol
- 3.2. Aceton
- 3.3. 96%-os etanol, v/v

¹ ISO 5725 szabvány szerint

- 3.4. 25%-os ammónia oldat ($d_4^{20} = 0,91$)
- 3.5. L(+)-aszkorbinsav
- 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) hipofoszforsav oldat
- 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) sósav oldat
- 3.20. Referencia anyagok
A referencia anyagok felsorolását az I. cím alatt a „Cél és alkalmazási terület”, tartalmazza. Amin-vegyületek esetében a referencia anyag kizárólag hidroklorid forma (mono- vagy di-) vagy a szabad bázis.
- 3.21. 0,5%-os (m/V) referencia oldatok
Készítsük el a 3.20. pontban hivatkozott referencia anyagok 0,5%-os (m/v) oldatát.
Mérjünk be $50 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ referencia anyagot egy 10 ml-es mérőlombikba.
Adjunk hozzá 5 ml 96%-os etanolt (3.3.) és 250 mg aszkorbinsavat (3.5.). Lúgosítsuk az oldatot ammónia oldat (3.4.) hozzáadásával, hogy a pH 10 körüli éréken 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 aszkorbinsav és az ammónia hozzáadása után csapadék képződik. Ilyenkor hagyjuk kiülepedni a csapadékot, és csak ezután folytassuk az eljárást.
- 3.22. Előhívó oldószerek
- 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) ammónia oldat, | 24 térfogat |
| 50%-os hipofoszforsav oldat (3.13.) | 1 térfogat |
| Víz | 75 térfogat |

Megjegyzés

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

3.23. Indikátor spray-k

3.23.1. 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.-t.

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 üveg fedél, amelynek kialakítása olyan, hogy a foltok felvitele és szárítása alatt a kromatográfiás lap környezetében nitrogén atmoszférát 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 ismétlő 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 (műanyaghordozós Macherey and Nagel, Silica G-HR, vagy ezekkel egyenértékű)

4.2. 4000 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 10-et el nem éri. Töltsük fel 10 ml-re 96%-os etanollal (3.3.).

Homogenizáljuk nitrogén (3.8.) alatt, zárjuk le, majd centrifugáljuk 4000/perc fordulatszámon 10 percig.

Használjuk a felülúszó folyadékot.

5.2. Kromatográfia

5.2.1. A minta felvitele a lapokra

Vigyünk fel a kromatográfiás lapra a fent említett referencia oldatokból 1-1 µl-t nitrogén atmoszféra alatt (3.8.) egy egyenes mentén 9 pontban.

A referencia oldatok 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 μ l-t cseppentsünk az 5.1. pontban kapott mintaoldatokból.

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

5.2.2. Futtatás

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

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

5.2.3. Előhívás

Azonnal fűjjük 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 referencia anyagok 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 referencia anyagot.

5.2.5. Félkvantitatív mérési módszer

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

Ha a mintában előforduló egy vagy több anyag koncentrációja túlságosan nagynak mutatkozik, hígítsuk a minta kivonatot és ismételjük meg a mérést.

I. TÁBLÁZAT

A foltok R_f értéke és színe közvetlenül a permetezés után

(3.20) Referencia anyag	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	ibolya-barna *	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 *	halvány ibolya	nagyon halvány barna	világosbarna

Megjegyzések:

1. Az OPD csak gyengén látszik; a (3.22.3) oldószert eleggyel kell egyértelműen elválasztani az OTD-től.
2. * A legjobban előhívható szint jelzi.

6. Vizsgálat kétdimenziós vékonyréteg kromatográfiával

A kétdimenziós kromatográfiás eljárás végrehajtásához további standardok és reagensek használata szükségesek.

6.1. Kiegészítő referencia oldatok 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 referencia anyagok 0,5%-os (m/V) oldatát a 3.21. pontban leírt módon.

6.2. Előhívó oldószert

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

6.3. Jelző rendszer

Helyezzünk egy üvegedényt egy vékonyréteg-kromatográfiás 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 adszorbens felületén.

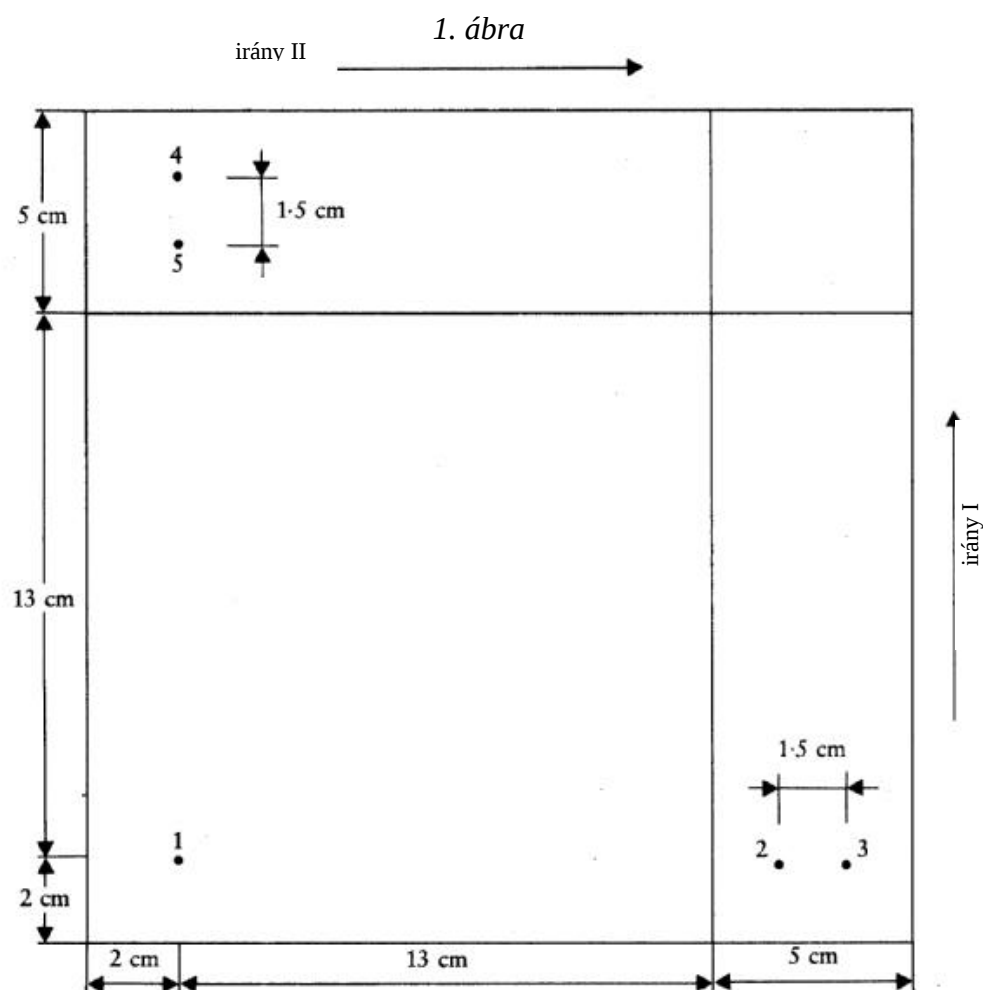
- 6.4.2. A lapot nitrogén atmoszféra (4.11.) alatt tartva vigyünk fel az 1. ábra szerinti, az 1 jelű kiindulási pontba 1–4 µl kivonatot (5.1.). A kivonat mennyisége az 5.2. szakaszban kapott kromatogramokon megjelenő foltok intenzitásától függ.
- 6.4.3. Osszuk el a 2 és 3 jelű pont között (1. ábra) az 5.2. szakaszban azonosított vagy az 5.2. szakasz alapján feltételezett oxidáló színezékeket (a pontok közötti távolság 1,5 cm). Vigyünk fel valamennyi referencia oldatból 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 kromatográfiás kádat nitrogénnel (3.8.), majd öntsünk bele megfelelő mennyiségű 3.22.2. oldószert. Tegyük a (6.4.4.) lapot a kádba, és futtassuk 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 oldószer elpárologjon.
- 6.4.7. Egy térfogatmérésre alkalmas próbacsővel mérjünk 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 adszorbens felületén húzott vonalat. Vegyük ki a lapot a kádból, és szárítsuk meg levegőn.
- 6.4.8. Tegyük be a lapot 10 percre a jódgőzökkel (6.3.) telített kromatográfiás kádba és értékeljük a kétdimenziós kromatogramot az egyidejűleg kromatografált referencia anyagok 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.-ban azonosított színezékek referencia oldatából 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

Referencia oldatok színe a kromatográfia és a jódgőzökkel történő előhívás után

Referencia anyag	Szín, jódgőzökkel történő futtatás után
R	bézs
P	barna
α -N	ibolya
β -N	világosbarna
H	ibolya-barna
MPD	sárgásbarna
PPD	ibolya-barna
MTD	sötétbarna
PTD	sárgásbarna

Referencia anyag	Szín, jódgőzökkel történő futtatás után
DAP	sötétbarna
OAP	narancs
MAP	sárgásbarna
PAP	ibolya-barna
2-NPPD	barna
4-NOPD	narancs



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. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Hígított kénsav: hígítsunk 2 ml tömény kénsavat ($d_{20}^4 = 1,84$) 11 ml desztillált vízzel.

3.2. Hígított sósav: hígítsunk 1 ml tömény sósavat ($d_{20}^4 = 1,19$) 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 × 10 cm-es üveglap

4.5. Mûanyag spatula

4.6. 10 × 10 cm-es szûrőpapír,

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 szûrőpapír (4.6.) lapot desztillált vízzel. Helyezzük a szûrőpapírt a mintára, és nyomkodjuk le a mûanyag spatulával (4.5.).

5.3. Várjunk körülbelül egy percet, majd a szûrőpapír 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 szûrőpapírt, és vizsgáljuk meg fénnel szemben tartva. A nitrit jelenlétét vöröses bíbor színeződés jelzi.

Ha a minta nitrit tartalma alacsony, a vöröses bíbor szín öt-tizenöt másodperc után sárgára változik. Nagyobb mennyiségû nitrit jelenlétében ez a színátmenet csak egy-két perc múltán megy végbe.

6. Megjegyzés

A vöröses bíbor szín intenzitásából és a sárgába történő színátmenet időtartamából a minta nitrit tartalmára lehet következtetni.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS**1. Cél**

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

2. Meghatározás

A minta nitrit tartalmát e módszerrel határozzuk meg és a nátrium-nitrit tömegszázalékában fejezzük ki.

3. Alapelv

A minta vízzel történő hígítása és derítése után a jelenlevő nitritet 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 reagensok készítésük után legfeljebb 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 1000 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 jégecetet desztillált vízben és hígítsuk vízzel 1000 ml-re.

4.2. Nátrium-nitrit oldat:

Oldjunk fel 0,500 g nátrium-nitritet desztillált vízben egy 1000 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 1000 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 1000 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 pipetázzunk (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 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.) használjunk.
- 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. Kalibrációs görbe
A 10 µg/ml koncentrációjú nátrium-nitrit (4.2.) oldat felhasználásával készítsünk 0, 20, 40, 60, 80, 100 µg nátrium-nitrát/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:

$$\%NaNO_2 = \frac{250}{V} \times m_1 \times 10^{-6} \times \frac{100}{m} = \frac{m_1}{V \times m \times 40},$$

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. Ismételhetőség¹

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.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

IV. SZABAD FORMALDEHID AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer az azonosítást és a formaldehid-donorok jelenlétének, illetve távollétének megfelelően két mennyiségi meghatározást ír le. Minden kozmetikai termék esetében alkalmazható.

1.1. Azonosítás

1.2. Általános kolorimetriás meghatározás 2,4-pentándionnal

Ez a módszer akkor alkalmazható, ha a formaldehid egymagában van jelen vagy olyan más tartósítószerrel együtt, amelyek egyike sem formaldehid-donor.

Ellenkező esetben, illetve ha az eredmény meghaladja az engedélyezett legnagyobb töménységet, a következő ellenőrzési módszert kell alkalmazni.

1.3. Mennyiségi meghatározás formaldehid-donorok jelenlétében

A fent említett módszerben (1.2.) a származékképzés során a formaldehid-donorok elhasadnak és túl magas eredményhez vezetnek (kötött és polimerizált formaldehid).

A szabad formaldehidet el kell választani folyadék-kromatográfiával.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott szabad formaldehid-tartalmát tömegszázalékban fejezzük ki.

3. Azonosítás

3.1. Alapelv

A szabad és kötött formaldehid kénsavas közegben a Schiff reagenst rózsaszínűre vagy mályvaszínűre változtatja.

3.2. Reagens

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak, a víznek pedig ioncseréltnek kell lennie.

3.2.1. Fukszin;

3.2.2. 7 H₂O-val hidratált nátrium-szulfid;

3.2.3. Tömény sósav (d = 1,19);

3.2.4. Kénsav, kb. 1 M;

3.2.5. Schiff reagens:

Mérjünk be 100 mg fukszint (3.2.1.) egy főzőpohárba és oldjuk fel 75 ml vízben, 80 °C-on. Lehűlés után adjunk hozzá 2,5 g nátrium-szulfidot (3.2.2.). Töltsük fel 100 ml-re. Két hétig eltartható.

3.3. Eljárás

3.3.1. Mérjünk be 2 g mintát egy 10 ml-es főzőpohárba.

3.3.2. Adjunk hozzá két csepp kénsavat (3.2.4.) és 2 ml Schiff reagenst (3.2.5.). Ennek a reagensnek alkalmazáskor teljesen színtelennek kell lennie.

Rázzuk össze és hagyjuk állni öt percig.

3.3.3. Ha öt perc alatt rózsaszínű vagy mályvaszínű elszíneződés észlelhető, akkor a formaldehid 0,01%-ot meghaladó mennyiségben van jelen.

Ebben az esetben a szabad és az összetett formaldehidet a (4.) módszer, valamint szükség esetén az (5.) módszer szerint kell meghatározni.

4. Általános kolorimetriás meghatározás 2,4-pentándionnal**4.1. Alapelv**

A formaldehid 2,4-pentán dionnal, ammónium-acetát jelenlétében, 3,5-diacetil-1,4-dihidrolutidint képez. Ezt butanán-1-ollal kivonjuk és a kivonat abszorbenciáját 410 nm-en megmérjük.

4.2. Reagens

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak, a víznek pedig ioncseréltnek kell lennie.

4.2.1. Vízmentes ammónium-acetát;**4.2.2. Tömény ecetsav, d₂₀ = 1,05;****4.2.3. Alacsony nyomáson, 25 mm Hg, 25°C-on frissen desztillált 2,4-pentándion – nem mutathat semennyi abszorpciót 410 nm-en.****4.2.4. Butan-1-ol;****4.2.5. Sósav, 1 M;****4.2.6. Sósav, kb. 0,1 M;****4.2.7. Nátrium-hidroxid, 1 M;****4.2.8. Frissen készített keményítő oldat, amely megfelel az Európai gyógyszerkönyv 1980-as 2. kiadása I-VII-1-1 részének (1g/50ml víz),****4.2.9. 37–40%-os formaldehid;****4.2.10. Jód mérőoldat, 0,05 M;****4.2.11. Nátrium-tioszulfát mérőoldat, 0,1 M;****4.2.12. 2,4-pentán-dion reagens**

Oldjunk fel egy 1000 ml-es mérőlombikban:

– 150 g ammónium-acetátot (4.2.1. pont),

– 2 ml 2,4-pentán-diont (4.2.3. pont),

– 3 ml ecetsavat (4.2.2. pont).

Töltsük fel 1000 ml-re vízzel (az oldat pH-ja 6,4 körül van). Ezt a reagenst frissen kell készíteni;

4.2.13. 2,4-pentándion nélküli reagens (4.2.12. pont);**4.2.14. Standard formaldehid: törzsoldat**

Öntsünk 5 g formaldehidet (4.2.9. pont) egy 1000 ml-es mérőlombikba és töltsük fel vízzel 1000 ml-re.

Állapítsuk meg az oldat erősségét a következőképpen:

Vegyünk ki 10,00 ml-t; adjunk hozzá 25,00 ml jód mérőoldatot (4.2.10. pont) és 10,00 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.2.7. pont). Hagyjuk állni öt percig. Savanyítsuk meg 11,00 ml HCl oldattal (4.2.5. pont) és határozzuk meg a jódfelesleget nátrium-tioszulfát oldattal (4.2.11. pont) keményítő oldat (4.2.8. pont), mint indikátor jelenlétében.

1 ml 0,05 M jód (4.2.10. pont) fogyása megfelel 1,5 mg formaldehidnek;

4.2.15. Standard formaldehid: hígított oldat

Hígítsuk fel a formaldehid törzsoldatot először 1/20 majd 1/100 arányban vízzel.

Ez az oldatnak milliliterenként körülbelül 1 µg formaldehidet tartalmaz.

Számítsuk ki a pontos tartalmat.

4.3. Eszközök**4.3.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés;****4.3.2. Fázisválasztó szűrő, Whatman 1 PS (vagy ezzel egyenértékű);****4.3.3. Centrifuga****4.3.4. Vízfürdő készlet 60 °C-ra állítva;**

4.3.5. Spektrofotométer;

4.3.6. Üveg kuvetta, 1 cm-es optikai úthosszal.

4.4. Eljárás

4.4.1. Mintaoldat

Egy 100 ml-es mérőlombikba a vizsgálati mintából 0,001 gramm pontossággal mérjünk be kb. 150 ÷ formaldehid-mennyiségnek megfelelő mennyiséget (grammban). Töltsük fel 100 ml-re vízzel és keverjük össze (S oldat).

(Ellenőrizzük, hogy a pH 6-hoz közeli; ha nem, akkor hígítsuk a sósav oldattal (4.2.6. pont).)

Tegyük egy 50 ml-es Erlenmeyer lombikba a következőket:

- 10,00 ml S oldat,
- 5,00 ml 2,4-pentándion reagens (4.2.12.),
- annyi ioncserélt vizet, hogy a végső térfogat 30 ml legyen.

4.4.2. Referencia oldat

A referencia oldat használatával a vizsgálati minta háttérszíne által okozott esetleges zavaró hatás kiküszöbölhető:

Tegyük egy 50 ml-es Erlenmeyer lombikba a következőket:

- 10,00 ml S oldat,
- 5,00 ml reagens (4.2.13.),
- annyi ioncserélt víz, hogy a végső térfogat 30 ml legyen.

4.4.3. Vakpróba

Tegyük egy 50 ml-es Erlenmeyer lombikba a következőket:

- 5,00 ml 2,4-pentán-dion reagens (4.2.12.),
- annyi ioncserélt víz, hogy a végső térfogat 30 ml legyen.

4.4.4. Mennyiségi meghatározás

4.4.4.1. A 4.4.1., 4.4.2. és a 4.4.3. pont szerinti keverékeket rázzuk össze. Állítsuk az Erlenmeyer lombikokat 60 °C-os vízfürdőbe pontosan tíz percre. Hagyjuk hűlni két percig jeges vízzel teli fürdőben.

4.4.4.2. Vigyük át egy 50 ml-es választótölcsérbe, amely 10 ml 1-butanolt (4.2.4. pont) tartalmaz. Öblítsük át mindegyik lombikot 3-5 ml vízzel. Rázzuk erősen a keveréket pontosan 30 másodpercre. Hagyjuk a fázisokat szétváltni.

4.4.4.3. Szűrjük le a bután-1-olos fázist a mérőlombikba (4.3.2. pont) fázisválasztó szűrőn keresztül. Centrifugálás (3000 g, 5 perc) is alkalmazható.

4.4.4.4. Mérjük meg a 4.4.1. pont szerinti mintaoldat kivonatának A1 abszorbanciáját 410 nm-nél a 4.4.2. pont szerinti referencia oldat kivonatához képest.

4.4.4.5. Hasonlóképpen mérjük meg a 4.4.3. szerinti vakoldat kivonatának A2 abszorbanciáját bután-1-olhoz képest.

Megjegyzés: Az összes fenti műveletet attól a pillanattól számított 25 percen belül kell elvégezni, amikor az Erlenmeyer lombikot a 60 °C-os vízfürdőbe helyeztük.

4.4.5. Kalibrációs görbe

4.4.5.1. Tegyük egy 50 ml-es Erlenmeyer lombikba a következőket:

- 5,00 ml hígított standard oldat a 4.2.15. pont szerint,
- 5,00 ml 2,4-pentán-dion reagens (4.2.12.),
- annyi ioncserélt vizet, hogy a végső térfogat 30 ml legyen.

- 4.4.5.2. Folytassuk a 4.4.4. pontban leírtaknak megfelelően és mérjük meg az abszorbanciát bután-1-olhoz (4.2.4.) képest.
- 4.4.5.3. Ismételjük meg az eljárást 10, 15, 20 és 25 ml hígított standard oldat (4.2.15.) felhasználásával.
- 4.4.5.4. A nullapont meghatározásához (amely a reagensek színezettségének felel meg) járjunk el a 4.4.4.5. pontban megadottak szerint.
- 4.4.5.5. Szerkesszük meg a kalibrációs görbét, miután kivontuk a nullapont értékét a 4.4.5.1 és 4.4.5.3. pont szerint kapott egyes abszorbanciákból. A Beer törvény 30 ÷ formaldehid mennyiségig érvényes.
- 4.5. Számítás
- 4.5.1. Vonjuk ki A₂-t A₁-ből és olvassuk le a kalibrációs görbéről (4.4.5.5. pont) azt a ÷g-ban kifejezett C mennyiséget, amely a mintaoldatban jelen lévő formaldehydnek felel meg (4.4.1.).
- 4.5.2. Számítsuk ki a minta formaldehyd tartalmát (% m/m) a következő képlet segítségével:

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

ahol:

m = a vizsgálati részlet tömege a g-ban kifejezve.

- 4.6. Ismételhetőség¹
0,2%-os formaldehyd-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredményei közötti eltérés nem haladhatja meg a 0,005%-ot a 2,4-pentán-dionos kolorimetriás meghatározás esetén.
Ha a szabad formaldehyd-tartalom mennyiségi meghatározása a 76/768/EGK irányelvben meghatározott legnagyobb koncentrációt meghaladó eredményt ad, azaz:
- a) 0,05% és 0,2% között van egy címkézetlen termékben;
 - b) 0,2% felett van, akár címkézett akár címkézetlen termékben,
- akkor az alábbi, 5. pontban meghatározott eljárást kell alkalmazni.

5. Mennyiségi meghatározás formaldehyd-donorok jelenlétében

- 5.1. Alapelv
A különálló formaldehydet sárga lutidin származékká alakítjuk 2,4-pentán-dionos reakció segítségével egy oszlopkimenethez illeszthető reaktorban és a keletkező származék abszorbanciáját 420 nm-en megmérjük.
- 5.2. Reagensek
Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak, a víznek pedig ioncseréltnek kell lennie.
- 5.2.1. HPLC tisztaságú vagy azzal megegyező minőségű víz;
 - 5.2.2. Vízmentes ammónium-acetát;
 - 5.2.3. Tömény ecetsav;
 - 5.2.4. 2,4-pentándion (4 C-on tartva);
 - 5.2.5. Vízmentes dinátrium-foszfát;
 - 5.2.6. 85%-os ortofoszforsav (d = 1,7);
 - 5.2.7. HPLC minőségű metanol;
 - 5.2.8. Diklór-metán;
 - 5.2.9. 37-40%-os (w/v) formaldehyd;
 - 5.2.10. Nátrium-hidroxid, 1 M;
 - 5.2.11. Sósav, 1 M;

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

- 5.2.12. Sósav, 0,002 M;
- 5.2.13. Frissen készített keményítő oldat, amely megfelel az Európai gyógyszerkönyvnek (lásd 4.2.8. pont);
- 5.2.14. Jód mérőoldat, 0,05 M;
- 5.2.15. Nátrium-tioszulfát mérőoldat, 0,1 M;
- 5.2.16. Mozgó fázis:
Dinátrium-foszfát (5.2.5.) vizes oldata, 0,006 M, ortofoszforsavval (5.2.6.) pH 2,1 értékre beállított;
- 5.1.17. Oszlop utáni reagens:
Oldjunk fel egy 1000 ml-es mérőlombikban:
– 62,5 g ammónium-acetátot (5.2.2.),
– 7,5 ml ecetsavat (5.2.3.),
– 5 ml 2,4-pentán-diont (5.2.4.).
Töltsük fel 1000 ml-re vízzel (5.2.1.).
Ezt a reagenst tartsuk távol a fénytől.
Eltarthatóság 25 °C-on legfeljebb 3 nap.
Az oldat színe nem változhat meg;
- 5.2.18. Standard formaldehid: törzsoldat
Öntsünk 10 g formaldehidet (5.2.9.) egy 1000 ml-es mérőlombikba és töltsük fel 1000 ml-re vízzel.
Állapítsuk meg ennek az oldatnak az erősségét a következőképpen:
Vegyünk ki 5,00 ml-t; adjunk hozzá 25,00 ml jód mérőoldatot (5.2.14.) és 10 ml nátrium-hidroxid oldatot (5.2.10.). Hagyjuk állni öt percig. Savanyítsuk meg 11,00 ml HCl oldattal (5.2.11.) és határozzuk meg a jód mérőoldat feleslegét nátrium-tioszulfát oldattal (5.2.15.) titrálva, használjunk keményítő oldat (5.2.13.) indikátorként. 1 ml jód oldat (5.2.14.) megfelel 1,5 mg formaldehidnek;
- 5.2.19. Standard formaldehid: hígított oldat
Hígítsuk fel a törzsoldatot kezdeti erősségéhez képest 1/100 arányban a mozgó fázissal.
Ennek az oldatnak 1 ml-e kb. 37 mg formaldehidet tartalmaz.
Számítsuk ki a pontos tartalmat.
- 5.3. Eszközök
- 5.3.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés;
- 5.3.2. Ingadozásmentes HPLC pumpa;
- 5.3.3. Alacsony nyomású ingadozásmentes pumpa a reagens számára (vagy egy második HPLC pumpa);
- 5.3.4. Befecskendező szelep 10 ñ-es hurokkal;
- 5.3.5. Oszlopkimenethez illeszthető reaktor a következő összetevőkkel:
– egy 1 literes háromnyakú lombik,
– egy melegítőkráter 1 literes lombikhoz,
– két Vigreux oszlop, legalább 10 lappal, kettő léghűtéses,
– 1,6 mm-es rozsdamentes acélcső (a hőcseréléshez) – belső átmérő 0,23 mm, hossz = 400 mm,
– 1,6 mm-es tefloncső – belső átmérő, 0,30 mm, hossz = 5 m (csomózás) lásd 1. függelék),
– egy T-darab, holtterfogat nélkül (Valco vagy azzal egyenértékű),
– három csatlakozó holtterfogat nélkül
Vagy: egy Applied Biosystems PCRS 520 oszlop utáni modul, vagy azzal egyenértékű, 1 ml-es reaktorral felszerelve;

- 5.3.6. Membránszűrő, 0,45 µm-es pórusmérettel;
- 5.3.7. SEP-PAKR C18 vagy azzal egyenértékű töltet;
- 5.3.8. Használatra kész oszlopok:
- Bischoff hypersil RP 18 (NC típus, C 25,46 1805 hivatkozás)
(5 µm, hossz = 250 mm, belső átmérő = 4,6 mm),
 - vagy Doupont, Zorbax ODS
(5 µm, hossz = 250 mm, belső átmérő = 4,6 mm),
 - vagy Phase SEP, spherisorb ODS 2
(5 µm, hossz = 250 mm, belső átmérő = 4,6 mm).
- 5.3.9. Előoszlop
Bischoff K₁ hypersil RP 18 (K1 G 6301 1805 hivatkozás)
(5 µm, hossz = 10 mm, vagy ezzel egyenértékű).
- 5.3.10. Az oszlop és az előoszlop Ecotube-rendszer segítségével van összekötve (A 15020508 Bischoff hivatkozás) vagy ezzel egyenértékű.
- 5.3.11. Szereljük össze a készüléket (5.3.5.) a 2. függelék diagramján bemutatottak szerint.
A befecskendező érték utáni csatlakozásokat a lehető legrövidebbre kell méretezni. Ebben az esetben a reaktor kivezetése és a detektor bevezetése közötti rozsdamentes acélcső a keverék mérés előtti hűtése céljából van elhelyezve, és a hőmérséklet a detektorban ismeretlen, de állandó;
- 5.3.12. UV látható detektor;
- 5.3.13. Adatrögzítő;
- 5.3.14. Centrifuga;
- 5.3.15. Ultrahangos fürdő;
- 5.3.16. Rotációs keverő (vortex vagy azzal egyenértékű)
- 5.4. Eljárás
- 5.4.1. Kalibrációs görbe
Ezt a görbét a hígított standard formaldehid oldat koncentrációjának függvényében felrajzolt csúcsmagasságok adják meg.
Készítsük el a mérőoldatokat, a standard formaldehid oldatnak (5.2.19.) a mozgó fázissal (5.2.16.) történő hígításával:
- 1,00 ml oldat (5.2.19.) hígítva 20,00 ml-re (kb. 185 µg/100 ml),
 - 2,00 ml oldat (5.2.19.) hígítva 20,00 ml-re (kb. 370 µg/100 ml),
 - 5,00 ml oldat (5.2.19.) hígítva 25,00 ml-re (kb. 740 µg/100 ml),
 - 5,00 ml oldat (5.2.19.) hígítva 20,00 ml-re (kb. 925 µg/100 ml),
- A mérőoldatokat tartsuk laboratóriumi hőmérsékleten egy órán keresztül, és frissen készítsük el.
A kalibrációs görbe linearitása az 1,00 és 15,00 µg/ml közötti koncentráció-tartományban megfelelő.
- 5.4.2. Mintaelőkészítés
- 5.4.2.1. Emulziók (krémek, alapozók, szemkihúzó)
- Mérjük be egy dugóval ellátott 100 ml-es lombikba 0,001 g-os pontossággal 100 µg formaldehidnek megfelelő mennyiséget (grammban) a vizsgálati mintából. Adjunk hozzá pontosan bemért 20,00 ml diklór-metánt (5.2.8.) és 20,00 ml sósavat (5.2.12.). Keverjük össze a rotációs keverő (5.3.16.) és az ultrahangos fürdő (5.2.15.) segítségével. Válasszuk el a két fázist centrifugálással (3000 g két percre). Eközben mossuk át a töltetet (5.3.7.) 2 ml metanollal (5.2.7.), majd kondicionáljuk 5 ml vízzel (5.2.1.).

Hajtsunk át 4 ml-t a kivonat vizes fázisából a kondicionált tölteten, öntsük el az első 2 ml-t és tegyük el az azt követő részletet.

5.4.2.2. Arc- és testápolók, samponok

Mérjük be egy dugóval ellátott 100 ml-es lombikba 0,001 g-os pontossággal egy 500 ÷g formaldehidnek megfelelő mennyiséget (grammban) a vizsgálati mintából.

Töltsük fel 100 ml-re a mozgó fázissal (5.2.16.).

Szűrjük le az oldatot szűrőn (5.3.6.) keresztül és fecskendezzük be vagy vezessük át egy olyan tölteten (5.3.7.), amelyet előzetesen a fenti módon (5.4.2.1.) kondicionáltunk. Minden oldatot közvetlenül az elkészítése után be kell fecskendezni.

5.4.3. Kromatográfiás körülmények

- A mozgó fázis átfolyási sebessége: 1ml/perc,
- A reagens átfolyási sebessége: 0,5 ml/perc,
- A detektor kimenetén a teljes átfolyási sebesség: 1,5 ml/perc,
- Befecskendezett térfogat: 10 ÷l,
- Oldási hőmérséklet: nehéz elválasztások esetén mérítsük az oszlopot olvadó jeges fürdőbe: várjuk meg amíg a hőmérséklet állandósul (15–20 perc).
- Az oszlop utáni reakció hőmérséklete: 100 °C,
- Detektálás: 420 nm-en.

Megjegyzés: A teljes kromatográfiás rendszert és az utó-oszlopot is használat után át kell mosni vízzel (5.2.1.). Ha a rendszert két napnál hosszabb ideig nem használják, akkor az átmosás után metanolos (5.2.7.) mosást is alkalmazni kell. Újrakondicionálás előtt a rendszeren vizet kell átnyomni az átkristályosodás elkerülése érdekében.

5.5. Számítás

Emulziók esetében (5.4.2.1.):

Formaldehid-tartalom%-ban (m/m,)

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{5 \text{ m}} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{5 \text{ m}}$$

Arc- és testápolók, samponok esetében (5.4.2.2.):

Formaldehid-tartalom:

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{\text{m}} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{\text{m}}$$

ahol:

m = a vizsgálati minta tömege g-ban (5.4.2.1.),

C = formaldehid koncentráció ÷g/100ml-ben a kalibrációs görbéről leolvasva (5.4.1.).

5.6. Ismételhetőség¹

0,05%-os formaldehid-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség nem haladhatja meg a 0,001%-ot.

0,2%-os formaldehid-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés nem haladhatja meg a 0,005%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

Előírások a „csomózáshoz”**Előírt tartozékok**

- Egy faorsó:
külső átmérő 5 cm egy 1,5 cm átmérőjű lyukkal, amely az orsó közepén megy keresztül. Helyezzünk bele négy acélszöget (amint azt az 1. és 2. ábra mutatja). Minden két szög között a távolság 1,8 cm legyen és a szögek 0,5 cm-re legyenek a lyuktól,
- egy merev tű (horgolótű típusú) a tefloncső felcsavarására,
- 5 m hosszú 1,6 mm-es tefloncső, belső átmérő 0,3 mm.

Eljárás

A „csomózás” megindításához a tefloncsövet be kell fűzni az orsó teteje felől és ki kell vezetni alul, a középső lyukon keresztül (kb. 10 cm túlnyúlást kell hagyni a csőnek az orsó aljához képest, annak érdekében, hogy a láncot keresztül lehessen húzni csomózás közben); ezután tekerjük a csövet a négy szög köré, ahogyan a 3. ábra mutatja.

A csomózás alját és tetejét fémgönggyel és szorítócsavarokkal kell megvédeni; vigyázva arra, hogy a tefloncső ne törjön el a szorosra húzás során. Tekerjük körbe a csövet még egyszer minden szög körül és készítsük el az „öltést” a következőképpen:

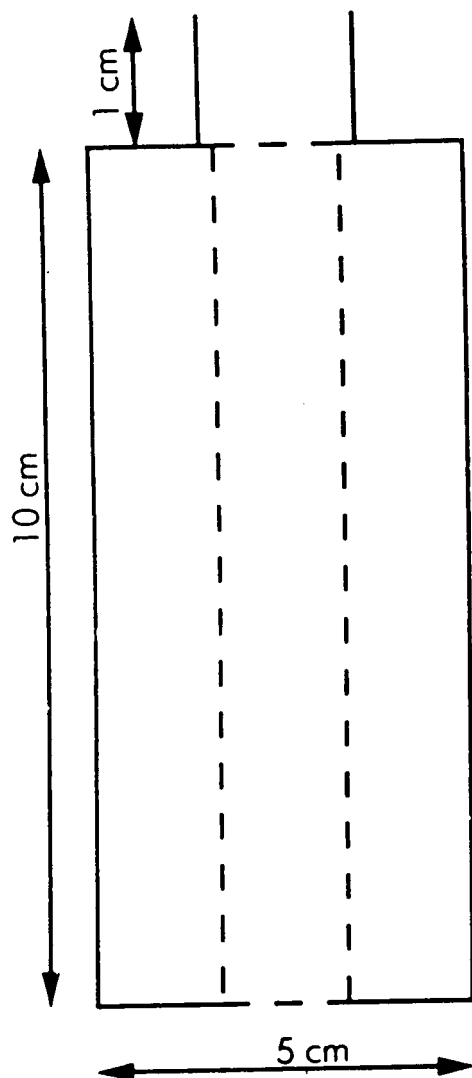
- emeljük az alsó csövet a felső fölé (lásd 4. ábra). Ismételjük meg ezt az eljárást minden egyes szög esetén (1, 2, 3, 4 az óramutató járásával ellentétes irányban), amíg az 5 m-t vagy a megkívánt hosszúságot el nem érjük.

Hagyjunk ki kb. 10 cm csövet a lánc lezárásához. Fűzzük át a csövet a négy hurok mindegyikén és húzzuk meg óvatosan, hogy a lánc vége összeszoruljon.

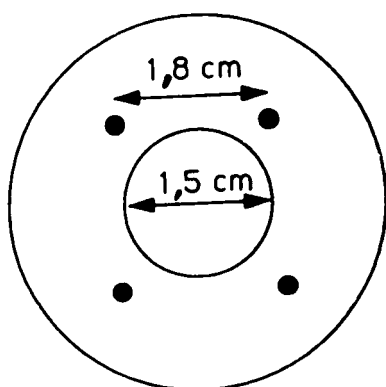
Megjegyzés: Oszlopkimenethez illeszthető reaktorok számára készített csomózás kereskedelmi forgalomban kapható (Supelco).

Az orsó sematikus rajza

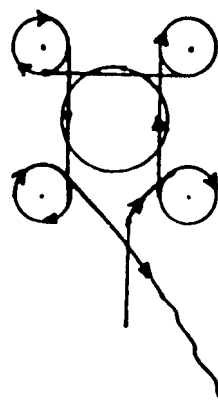
1. ábra



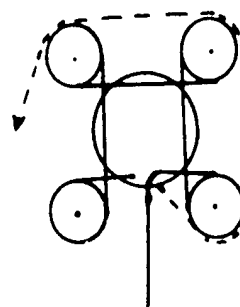
2. ábra



3. ábra



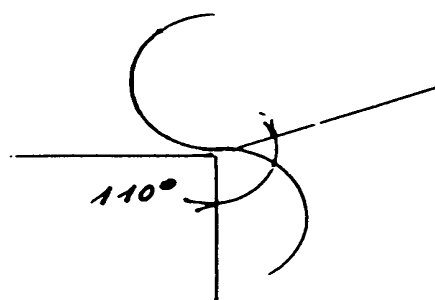
4. ábra



Második cső

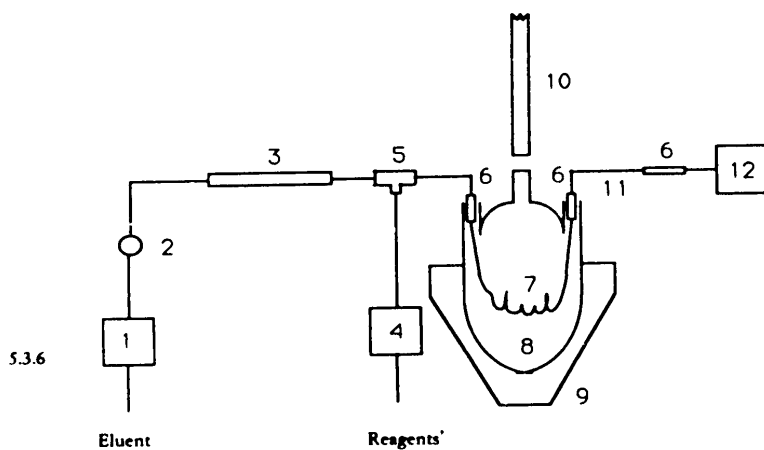
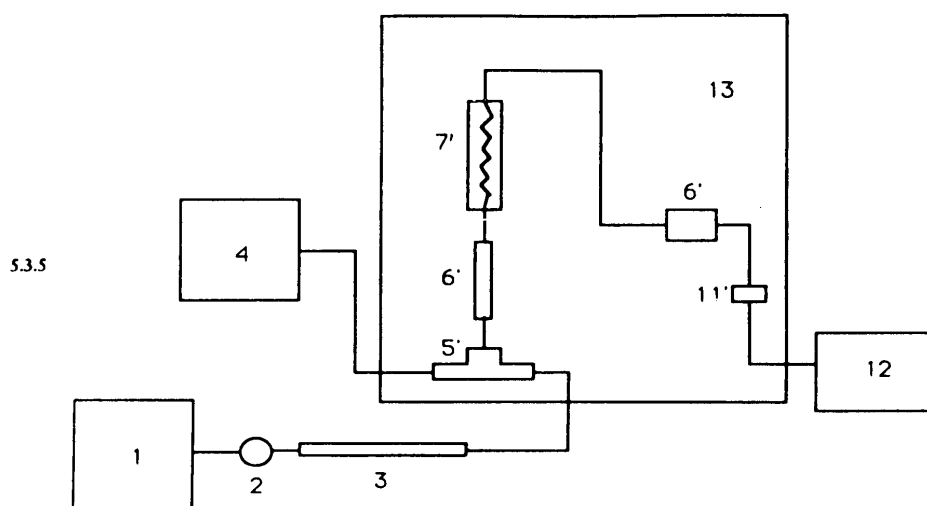
Az „öltéshez” emeljük a kötőtűvel az alsó csövet (folyamatos vonal) a második cső fölé.

5. ábra



2. függelék

- 1 = HPLC pumpa
 2 = Befecskendező szelep
 3 = Oszlop előtét oszloppal
 4 = Reagens pumpa
 5 = T-darab holtterfogat nélkül
 5' = T-darab (Vortex)
 6-6' = Csatlakozó holtterfogat nélkül
 7 = „Csomózás”
 7' = Reaktor
 8 = Háromnyakú lombik forró vízzel
 9 = Melegítőkráter
 10 = Hűtő
 11 = Hőcserélő cső rozsdamentes acélból
 11' = Hőcserélő
 12 = Látható-UV detektor
 13 = PCRS 520 oszlop utáni modul
 13 = PCRS 520 utóoszlop modul



V. REZORCIN MEGHATÁROZÁSA SAMPONOKBAN ÉS HAJSZESZEBEN**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer a rezorcin samponokban és hajszeszekben 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 rezorcin tartalmat 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 gáz-kromatografáljuk.

4. Reagensok

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: fújunk le a közönséges, előre bevont szilikagél lapokat vízzel, amíg fényessé nem válnak. Hagyjuk szobahőmérsékleten egy-három órán keresztül száradni.

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 4000 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 4000 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 jelig 96%-os etanollal (4.3.) és keverjük össze (1 ml 400 µg rezorcint és 400 µg DHT-t tartalmaz).

4.9. Szililező szerek:

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 felszerelései

5.2. Üvegeszközök

6. Eljárás

6.1. Mintaelőkészítés

- 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 (kb. 2–4 ml szükséges) és adjunk hozzá 10 ml (40 mg DHT) belső standard oldatot (4.7.) majd 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 alapvonalra két pontban 5-5 µl-t a 4.6. és a 4.7. oldatból.
- 6.1.6. Kromatografáljuk a lapot a futtatószerrel (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 rezorcin/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 adszorbenst külön-külön 10 ml-es palackokban gyűjtjük.
- 6.1.7. Vonjuk ki a mintát és a standard elegyet tartalmazó adszorbenst 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 kivonatokat és megfelelő szárítószerrel töltött vákuum exsikkátorban 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. Gázkromatográfiás körülmények
- Az oszlop a következő megoldást eredményezi: R nem lehet kisebb, mint 1,5,

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

ahol:

r_1 és r_2 = két csúcs retenciós ideje percben

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

d' = a diagrapapír 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 gázkromatográfba. Minden (6.1.9.) oldatból ötször fecskendezzünk, mérjük az egy anyaghoz tartozó csúcsterületeket, átlagoljuk ezeket és számítsuk ki a csúcsterület arányt, S-t. S = 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 grammal (6.1.1)

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

S_{standard elegy} = a 6.2.2. alapján számított, a standard elegyre vonatkozó átlag csúcsterület arány.

8. Ismételhetőség¹

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

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

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

1. Cél és alkalmazási terület

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

A módszerrel 0-10% koncentrációk határozhatók meg.

2. Meghatározás

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

3. Alapelv

A meghatározás gázkromatográfiával történik.

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. ábrát¹)

6. Eljárás

6.1. Mintaelőkészítés

6.1.1. Az aeroszol készítményeket az 1980. december 22-i 80/1335/EGK¹ 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,

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

¹ HL L 383. szám, 1980.12.31., 27.o.

ahol:

r_1 és r_2 = két csúcs retenciós 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
vivőgáz:		Hélium
nyomás:		2,5 bar
térfogatáram:		45 ml/perc
Hőmérsékletek:		
injektor:		150 °C
detektor:		150 °C
oszlop:		65 °C

A csúcsterület mérés 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 retenciós 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		
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 gázkromatográfiás 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 mindenegyes 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 gázkromatográfra a 6.2.1. szerinti körülmények beállítása mellett. Számítsuk ki valamennyi elegyre a (metanol/etanol) vagy a (metanol/propán-2-ol) csúcsterület arányt. Ábrázoljuk a standard görbét következőket feltüntetve:

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

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

- 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 (µl)	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 µl-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) csúcsterület arány.

- 7.3. A standard kalibrációs görbének lineárisnak kell lennie.

8. Megismételhetőség¹

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

(A 82/434 EGK irányelv és a módosítására kiadott 90/207/EGK irányelv alapján)

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

3. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A kozmetikai termékekben lévő diklór-metán és 1,1,1-triklór-etán mennyiségi meghatározása, a 8-kinolin-ol (8-hidroxi-kinolin) és a bis(8-hidroxi-kinolínium)-szulfát azonosítására és mennyiségi meghatározására, az ammónia mennyiségi meghatározására, a nitrometán azonosítására és mennyiségi meghatározására, a tioglikolsav azonosítására és mennyiségi meghatározására a hajhullámosító, a hajkiegyenesítő és a szőrtelenítő termékekben, a hexaklorofén azonosítására és mennyiségi meghatározására, a tozil-klóramid-nátrium (INN) (klóramin-T) azonosítására és mennyiségi meghatározására, az összes fluor fogkrémekben való meghatározására, a szerves higanyvegyületek azonosítására és mennyiségi meghatározására, alkáli- és alkáliföld-szulfidok mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszerek

I. DIKLÓR-METÁN ÉS AZ 1,1,1-TRIKLÓR-ETÁN MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a diklór-metán (metilén-klorid) és az 1,1,1-triklór-etán (metil-kloroform) mennyiségi meghatározását írja le az összes olyan kozmetikai termék esetében, amely valószínűsíthetően tartalmazza ezeket az oldószereket.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott diklór-metán és 1,1,1-triklór-etán tartalmát tömegszázalékban fejezzük ki.

3. Alapelv

Gázkromatográfiás módszer kloroformos belső standard alkalmazásával.

4. Reagensek

Minden vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. Kloroform (CHCl_3).
- 4.2. Szén-tetraklorid (CCl_4).
- 4.3. Diklór-metán (CH_2Cl_2).
- 4.4. 1,1,1-triklór-etán (CH_3CCl_3).
- 4.5. Aceton.
- 4.6. Nitrogén.
5. Eszközök
- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Gázkromatográf, hővezető detektorral felszerelve.
- 5.3. Mintavételi palack, 50 és 100 ml közötti (lásd 5.3. mintavételi módszer)¹.
- 5.4. Fecskendő nyomás alatt lévő gázhoz, 25 vagy 50 ml-es (lásd 5.3. mintavételi módszer)¹.

¹ HL L 383. szám, 1980.12.31., 27. o.

6. Eljárás

- 6.1. Nem nyomás alatt lévő minta: pontosan mérjük be a mintát egy dugóval ellátott Erlenmeyer lombikba. Vezessünk bele belső standardként pontosan megmért mennyiségű, a mintában feltételezhetően megtalálható diklór-metánnal és 1,1,1-triklór-etánnal egyenértékű kloroformot (4.1.). Alaposan keverjük össze.
- 6.2. Nyomás alatt lévő minta: alkalmazzuk a mintavételi fejezetben megadott mintavételi módszert, de a következő finomításokkal:
- 6.2.1. Miután áttöltöttük a mintát egy mintagyűjtő palackba (5.3.), vezessünk bele belső standardként adott térfogatú kloroformot (4.1.), annyit, amennyi a mintában feltételezhetően megtalálható diklór-metánnal és/vagy 1,1,1-triklór-etánnal egyenértékű. Alaposan keverjük össze. Öblítsük át a szelep holtterfogatát 0,5 ml szén-tetrakloriddal (4.2.). Szárítás után a különbségből határozzuk meg pontosan a belső standard által hozzáadott tömeget.
- 6.2.2. Miután megtöltöttük a fecskendőt a mintával, a fecskendő szórófejét át kell fúvatni nitrogénnel (4.6.) úgy, hogy ne maradjon semmilyen maradék a kromatográfba történő fecskendezés előtt.
- 6.2.3. Minden egyes minta betöltése után a szelep és a csatlakozóelem felületét meg kell mosni néhányszor acetonnal (4.5.) (szükség esetén injekciós fecskendő alkalmazásával) és azután alaposan meg kell szárítani nitrogénnel (4.6.).
- 6.2.4. Minden elemzés esetén alkalmazzunk két különböző mintagyűjtő palackot, és minden palackkal végezzünk öt mérést.

7. Kromatográfiai körülmények

- 7.1. Előtét-oszlop
Csövezés: rozsdamentes acél.
Hossz: 300 mm.
Átmérő: 3 vagy 6 mm.
Töltet: ugyanaz az anyag, amit az analitikai oszlop tölteténél alkalmaztak.
- 7.2. Oszlop
Az álló fázis sztirén-divinil-benzén (Chromosorb) hordozón Hallcomid M 18. Az oszlop „R” felbontásának 1,5 vagy annál jobbnak kell lennie:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

ahol:

r_1 és r_2 = retenciós idő (percben kifejezve),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél szélessége (milliméterben kifejezve),

d' = papíradagolási sebesség (milliméter/percben kifejezve).

- 7.3. Példaként a következő oszlopok a kívánt eredményt adják:

Oszlop	I.	II.
Alapanyag:	Rozsdamentes acél cső	Rozsdamentes acél cső
Hossz:	350 cm	400 cm
Átmérő:	3 mm	6 mm
Hordozó:		
chromosorb:	WAW	WAW-DMCS-HP
szitaanalízis:	100-120-as mesh	60-80-as mesh
Álló fázis:	Hallcomid M 18, 10%	Hallcomid M 18, 20%

A hőmérsékleti körülmények a készülék függvényében változhatnak. A példákban a következőképpen vannak beállítva:

Oszlop	I.	II.
Hőmérsékletek:		
oszlop:	65 °C	75 °C
fecskendő:	150 °C	125 °C
detektor:	150 °C	200 °C
Vivőgáz:		
hélium ára mlási	45 ml/perc	60 ml/perc
seb.:		
bemeneti nyomás:	2,5 bar	2 bar
Befecskendezés:	15l	15l

8. Az együtthatók arányossági tényezője

Készítsük el a következő, pontosan megmért keveréket egy dugóval ellátott Erlenmeyer lombikban:

Diklór-metán (4.3.), 30% (m/m).

1,1,1-triklór-etán (4.4.), 35% (m/m).

Kloroform (4.1.), 35% (m/m).

9. Számítások

9.1. A „p” anyag, „a” belső standardként választott anyaghoz viszonyított arányossági tényezőjének kiszámítása

Legyen az első anyag „p”, ahol:

k_p = a választényezője,

m_p = a tömege a keverékben,

A_p = a csúcsterülete.

Legyen a második anyag „a”, ahol:

k_a = a választényezője (az egységgel egyenlőnek választva),

M_a = a tömege a keverékben,

A_a = a csúcsterülete,

akkor:

$$k_p = \frac{m_p \times A_a}{M_a \times A_p}$$

Példaként a következő választényezők kaphatók meg (kloroformra: $k = 1$):

diklór-metán: $k_1 = 0,78 \pm 0,03$

1,1,1-triklór-etán: $k_2 = 1,00 \pm 0,03$

9.2. A vizsgálati mintában lévő %-os (m/m) diklór-metán és 1,1,1-triklór-etán tartalom

Legyen:

m_a = a bevezetett kloroform tömege (grammban),

M_s = az vizsgálati minta tömege (grammban),

A_a = a kloroform csúcsának területe,

A_1 = a diklór-metán csúcsának területe,

A_2 = az 1,1,1-triklór-metán csúcsának területe,

akkor:

$$\% \text{ (m/m) CH}_2\text{Cl}_2 = \frac{m_a \times A_1 \times k_1 \times 100}{A_a \times M_s}$$

$$\% \text{ (m/m) CH}_3\text{CCl}_3 = \frac{m_a \times A_2 \times k_2 \times 100}{A_a \times M_s}$$

10. Ismételhetőség¹

25%-os (m/m) diklór-metán és/vagy 1,1,1-triklór-etán tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 2,5%-ot (m/m).

II. A 8-KINOLINOL ÉS A BIS (8-HIDROXI-KINOLÍN)-SZULFÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a 8-kinolinolnak és szulfátjának azonosítását és mennyiségi meghatározását írja le.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott 8-kinolinol és a bis(8-hidroxi-kinolin)-szulfát tartalmát a 8-kinolinolra vonatkoztatott tömegszázalékban fejezzük ki.

3. Alapelv

3.1. Azonosítás

Azonosítás vékonyréteg kromatográfia alkalmazásával.

3.2. Meghatározás

A meghatározást a Fehling oldattal végbement reakció termékeként kapott komplex képződésen alapuló spektrofotometriás eljárással végezzük 410 nm-en.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. 8-kinolinol.

4.2. Benzol. Megjegyzés: Tekintettel a benzol mérgező tulajdonságára, használatakor nagy óvatossággal kell eljárni.

4.3. Kloroform.

4.4. Nátrium-hidroxid vizes oldata, 50% (m/m).

4.5. Réz-szulfát pentahidrát.

4.6. Kálium-nátrium-tartarát.

4.7. M sósav.

4.8. 0,5 M kénsav.

4.9. M nátrium-hidroxid oldat.

4.10. Etanol.

4.11. 1-butanol.

4.12. Jégecet.

4.13. 0,1 sósav.

4.14. „Celite 545” vagy annak megfelelő.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

- 4.15. Összehasonlító oldatok
- 4.15.1. Mérjük be 100 mg 8-kinolinolt (4.1.) egy 100 ml-es normál lombikba. Oldjuk fel egy kevés kénsavban (4.8.). Töltsük fel a jelig kénsavval (4.8.).
- 4.15.2. Mérjük be 100 mg 8-kinolinolt (4.1.) egy 100 ml-es normál lombikba. Oldjuk fel etanolban (4.10.). Töltsük fel a jelig etanollal (4.10.) és keverjük össze.
- 4.16. Fehling oldat
- „A” oldat
- Mérjük be 7 g réz-szulfát pentahidrátot (4.5.) egy 100 ml-es normál lombikba. Oldjuk fel egy kevés vízben. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze.
- „B” oldat
- Mérjük be 35 g kálium-nátrium-tartarátot (4.6.) egy 100 ml-es normál lombikba. Oldjuk fel 50 ml vízben. Adjunk hozzá 20 ml nátrium-hidroxidot (4.4.). Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. Közvetlenül használat előtt pipetázzunk ki 10 ml „A” oldatot és 10 ml „B” oldatot egy 100 ml-es közönséges lombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze.
- 4.17. Eluáló szerek a vékonyréteg kromatográfiához
- I : 1-butanol (4.11.)/ecetsav (4.12.)/víz (80: 20: 20; v/v/v, (térfogatarány)).
- II: kloroform (4.13.)/ecetsav (4.12.) (95:5; v/v, (térfogatarány)).
- 4.18. 2,6-diklór-4-(klórimino)-ciklohexa-2,5-dienon, 1%-os (m/v) etanolos oldata (4.10.).
- 4.19. Nátrium-karbonát, 1%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.20. Etanol (4.10.), 30%-os (v/v) vizes oldata.
- 4.21. Dinátrium-dihidrogén-etiléndiamin-tetraacetát, 5%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.22. Puffer oldat, pH 7
- Mérjük be 27 g vízmentes kálium-dihidrogén-ortofoszfátot és 70 g dikálium-hidrogén-ortofoszfát trihidrátot egy 1 literes normál lombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze.
- 4.23. Vékonyréteg lapok előkészítése
- Készgyártmány, 0,25 mm vastag vékonyréteg lapok (pl. Merck Kieselgel 60 vagy annak megfelelő). Használat előtt permetezzünk rá 10 ml reagenst (4.21.) és szárítsuk meg 80 °C-on.

5. Eszközök

- 5.1. 100 ml-es csiszolatos gömblombik.
- 5.2. Normál lombikok.
- 5.3. Osztással ellátott pipetták, 10 és 5 ml-es.
- 5.4. Hasas pipetták, 20, 15, 10 és 5 ml-es.
- 5.5. Választótölcsérek, 100, 50 és 25 ml-es.
- 5.6. Redős szűrőpapír, 90 mm-es átmérőjű.
- 5.7. Rotációs bepárló (rotadest).
- 5.8. Visszafolyós hűtő csiszolt üveg nyakkal.
- 5.9. Spektrofotométer.
- 5.10. 10 mm úthosszú optikai küvetták.
- 5.11. Fűthető keverő.
- 5.12. Üveg kromatográfiás oszlop méretei: 160 mm hosszú, 8 mm átmérőjű, szűkülettel az alsó végén, amely üveggyapot dugót tartalmaz, és a felső végén egy adaptert a nyomás alá helyezés érdekében.

6. Eljárás

6.1. Azonosítás

6.1.1. Folyékony minták

- 6.1.1.1. A vizsgálati minta egy részének pH-ját 7,5-re állítjuk és 10 ñl-t cseppentünk az előkészített szilikagél vékonyréteg lap alapvonalára (4.23.).
- 6.1.1.2. Az összehasonlító oldatból (4.15.2.) 10 és 30 ñl-t cseppentünk az alapvonal két további pontjára, és ezután a lapot megfuttatjuk a két előhívószert (4.17.) egyikével.
- 6.1.1.3. Az oldószerfront 150 mm-t előrehaladása után, a lapot 110 °C-on szárítjuk (15 peren keresztül). UV lámpa alatt (366 nm) a 8-kinolinol csepp sárgán fluoreszkál.
- 6.1.1.4. Permetezzük le a lapot nátrium-karbonát oldattal (4.19.). Szárítsuk meg majd permetezzük le 2,6-diklór-4-(klórimino)-ciklohexa-2,5-dienon oldattal (4.18.). A 8-kinolinol kék folt formájában válik láthatóvá.

6.1.2. Szilárd minták vagy krémek

- 6.1.2.1. Homogenizáljunk el 1 g mintát 5 ml, 7 pH értékű puffer oldatban (4.22.). Ezután 10 ml kloroformmal (4.3.) együtt tegyük be egy rázótolcsérbe és rázzuk össze. A kloroformos réteg elválasztódása után a vizes rétegen még kétszer megismételjük a kivonást 10-10 ml kloroformmal (4.3.). Pároljuk az összeöntött és leszűrt kloroform kivonatokat majdnem szárazra egy 100 ml-es gömblombikban (5.1.) a rotációs bepárló berendezésben (5.7.). Oldjuk fel a maradékot 2 ml kloroformban (4.3.) és cseppentsünk 10 és 30 ñl-t az így kapott oldatból egy szilikagél vékonyréteg lapra (4.23.) a 6.1.1.1. pontban leírtaknak megfelelően.
- 6.1.2.2. Tegyük 10 és 30 ñl-t a standard oldatból (4.15.2.) a lapra és folytassuk a 6.1.1.2.-6.1.1.4 pontokban leírtaknak megfelelően

6.2. Mennyiségi meghatározás

6.2.1. Folyékony minták

- 6.2.1.1. Tegyük 5 g mintát egy 100 ml-es gömblombikba. Adjunk hozzá 1 ml kénsav oldatot (4.8.) és párologtassuk a keveréket alacsony nyomáson 50 °C-on majdnem szárazra.
- 6.2.1.2. Oldjuk fel ezt a maradékot 20 ml meleg vízben. Tegyük át egy 100 ml-es normál lombikba. Mossuk át három alkalommal 20 ml vízzel. Töltsük fel 100 ml-re vízzel és keverjük össze.
- 6.2.1.3. Pipetázzunk ki 5 ml-t ebből az oldatból egy 50 ml-es választótölcsérbe (5.5.). Adjunk hozzá 10 ml Fehling oldatot (4.16.). Végezzünk kivonást a kapott 8-kinolinol réz-komplekxre [oxin réz (ISO)] három alkalommal 8 ml kloroform segítségével (4.3.).
- 6.2.1.4. Szűrjük le és gyűjtsük össze a kloroformos rétegeket egy 25 ml-es normál lombikba (5.2.). Töltsük fel a jelleg kloroformmal (4.3.) és rázzuk össze. Mérjük meg a sárga oldat optikai sűrűségét kloroformmal szemben 410 nm-en.

6.2.2. Szilárd minták vagy krémek

- 6.2.2.1. Mérjük be 0,500 g mintát egy 100 ml-es gömblombikba (5.1.). Adjunk hozzá 30 ml benzolt (4.2.) és 20 ml sósavat (4.7.). Forraljuk a lombik tartalmát visszafolyós hűtő alatt, keverés mellett, 30 percig.
- 6.2.2.2. Vigyük át a lombik tartalmát egy 100 ml-es választótölcsérbe (5.5.). Mossuk át 5 ml 1 N HCl (4.7.) segítségével. Vigyük át a vizes fázist egy gömblombikba (5.1.) és mossuk a benzolos fázist 5 ml sósavval (4.7.).

- 6.2.2.3. Olyan emulziók esetében, amelyek meggátolják a további kezelést keverjük össze a minta 0,500 g-ját 2 g Celite 545-tel (4.14.), hogy szabadon szóródó port kapjunk. Vigyük be a keveréket kis adagokban egy üveg kromatográfiás oszlopba (5.12.). Minden hozzáadás után nyomkodjuk le az oszlop tartalmát. Amint a keverék teljes mennyisége bekerült az oszlopba, eluáljunk sósavval, olyan módon, hogy 10 perc alatt kb. 10 ml eluált oldatot nyerjünk (szükség esetén ez az elució történhet enyhe nitrogén túlnyomás alatt). Az elució alatt biztosítani kell, hogy az oszlop töltete fölött folyamatosan legyen valamennyi sósav. Az eluált oldat első 10 ml-ét további kezelésnek vetjük alá a 6.2.2.4. pont szerint.
- 6.2.2.4. Párologtassuk az összegyűjtött vizes fázisokat (6.2.2.2.) vagy az eluált oldatot (6.2.2.3.) majdnem szárazra a rotációs bepárló berendezésben, csökkentett nyomáson.
- 6.2.2.5. Oldjuk fel a maradékot 6 ml nátrium-hidroxid oldatban (4.9.). Adjunk hozzá 20 ml Fehling oldatot (4.16.) és vigyük át a lombik tartalmát egy 50 ml-es választótölcsérbe (5.5.). Mossuk át a lombikot 8 ml kloroformmal (4.3.). Rázzuk meg és szűrjük le a kloroformos fázist egy 50 ml-es általános lombikba (5.2.).
- 6.2.2.6. Ismételjük meg a kivonást háromszor 8 ml kloroformmal (4.3.). Szűrjük le a kloroformos fázisokat és gyűjtsük azokat össze az 50 ml-es lombikban. Töltsük fel a jelig kloroformmal (4.3.) és rázzuk össze. MÉRJÜK meg a sárga oldat optikai sűrűségét kloroformmal (4.3.) szemben 410 nm-en.

7. Standard görbe

3 ml 30%-os vizes etanolt (4.20.) tartalmazó négy 100 ml-es gömblombikba (5.1.) pipetázunk 5, 10, 15 és 20 ml-es részleteket a összehasonlító oldatból (4.15.1.), amely megfelel 5, 10, 15 és 20 mg 8-kinolinolnak. Járjunk el a 6.2.1. pontban leírtak szerint.

8. Számítás

8.1. Folyékony minták

$$\text{8-kinolinol tartalom [tömegszázalékban (m/m)]} = \frac{a}{m} \times 100$$

ahol:

a = a 8-kinolinol milligrammjai a standard görbén (7),

m = a vizsgálati minta (6.2.1.1.) tömege (mg-ban kifejezve).

8.2. Szilárd minták vagy krémek

$$\text{8-kinolinol tartalom [tömegszázalékban (m/m)]} = \frac{2a}{m} \times 100$$

ahol:

a = a 8-kinolinol milligrammjai a standard görbén (7),

m = a vizsgálati minta (6.2.2.1.) tömege (mg-ban kifejezve).

9. Ismételhetőség¹

Kb. 0,3%-os 8-kinolinol tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,02%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

III. AMMÓNIA MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő szabad ammónia meghatározását írja le.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott ammónia-tartalmát az ammónia tömegszázalékában fejezzük ki.

3. Alapelv

Bárium-klorid oldatot adunk a kozmetikai termék vizsgálandó részletéhez, amelyet vizes metanolos közegben hígítunk fel. Az esetlegesen képződő összes csapadékot leszűrjük vagy kicentrifugáljuk. Ezzel az eljárással elkerülhető a vízgőzdesztillálás során fellépő ammóniaveszteség egyes ammóniumsók esetében, mint pl. a karbonát és a hidrogén-karbonát, valamint a zsírsavak sói, kivéve az ammónium-acetát.

Az ammóniát vízgőzdesztillálással vonjuk ki a szűrletből vagy a felülúszóból és potenciometriás vagy más titrálással határozzuk meg.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. Metanol.
- 4.2. Bárium-klorid dihidrát, 25%-os (m/v) oldat.
- 4.3. Ortobórsav, 4%-os (m/v) oldat.
- 4.4. Kénsav, 0,25 M mérőoldat.
- 4.5. Habzásgátló folyadék.
- 4.6. Nátrium-hidroxid, 0,5 M mérőoldat.
- 4.7. Indikátor, szükség esetén: keverjük össze 5 ml 0,1% (m/v) etanolos metil-vörös oldatot 2 ml 0,1% (m/v) vizes metilén-kék oldattal.

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Centrifuga lezárt 100 ml-es üvegekkel.
- 5.3. Vízgőzdesztilláló berendezés.
- 5.4. Potenciométer.
- 5.5. Üvegelektrod és dihidrogén-diklorid (kalomel) viszonyító elektrod.

6. Eljárás

- 6.1. Mérjük be egy 100 ml-es normál lombikba 1 mg-os pontossággal legfeljebb 150 mg ammóniának felelő tömegű (m) mintát.
- 6.2. Adjunk hozzá 10 ml vizet, 10 ml metanolt (4.1.) és 10 ml bárium-klorid oldatot (4.2.). Töltsük fel 100 ml-re metanollal (4.1.).
- 6.3. Keverjük össze és tegyük éjszakára hűtőszekrénybe (5 °C).
- 6.4. Ezután szűrjük le vagy centrifugáljuk 10 percig zárt csövekben a még mindig hideg oldatot úgy, hogy tiszta szűrletet vagy felülúszót kapjunk.
- 6.5. Pipetázzunk 40 ml-t ebből a tiszta oldatból a vízgőzdesztilláló felszerelésbe (5.3.), tegyünk hozzá 0,5 ml habzásgátló folyadékot (4.5.), ha szükséges.
- 6.6. Desztilláljuk és gyűjtsünk 200 ml desztillátumot egy 250 ml-es főzőpohárba, amely 10 ml kénsavas mérőoldatot (4.4.) és 0,1 ml indikátort (4.7.) tartalmaz.
- 6.7. Titráljuk vissza a felesleges savat nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.6.).

- 6.8. *Megjegyzés:* Potenciometriás meghatározáshoz gyűjtsünk össze 200 ml desztillátumot egy 250 ml-es főzőpohárba, amely 25 ml ortobórsav oldatot (4.3.) tartalmaz és titráljunk kénsavmérővel (4.4.), miközben felvesszük a se mlegesítési görbét.

7. Számítások

- 7.1. Számítás visszatitrálás esetén

Legyen:

V_1 = a felhasznált nátrium-hidroxid oldat (4.6.) térfogata (milliliterben),

T_1 = az aktuális molaritása (4.6.),

T_2 = a kénsav oldat (4.4.) aktuális molaritási tényezője,

m = a kivett vizsgálati minta (6.1.) tömege (milligrammban),

akkor:

$$\text{ammónia\% (m/m)} = \frac{(10T_2 - V_1T_1) \times 17 \times 100}{0,4 m} = \frac{(20T_2 - V_1T_1) \times 4250}{m}$$

- 7.2. Számítás közvetlen potenciometriás titrálás esetén

Legyen:

V_2 = a felhasznált kénsav oldat (4.4.) térfogata (milliliterben),

T_2 = az aktuális molaritása (4.4.),

m = a kivett vizsgálati minta (6.1.) tömege (milligrammban),

akkor:

$$\text{ammónia\% (m/m)} = \frac{V_2 \times T_2 \times 17 \times 100}{0,4 m} = \frac{4250 V_2 T_2}{m}$$

8. Ismételhetőség¹

Kb. 6%-os ammónia tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,6%-ot.

IV. NITRO-METÁN AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer legfeljebb kb. 0,3% nitro-metán tartalom esetén alkalmas az azonosításra és a meghatározásra, olyan kozmetikai termékek esetében, amelyek aeroszolos flakonba vannak csomagolva.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott nitro-metán tartalmát a nitro-metán tömegszázalékában fejezzük ki az aeroszolos flakon teljes tartalmához képest.

3. Alapelv

A nitro-metánt színreakcióval azonosítjuk. A nitro-metánt gázkromatográfiával határozzuk meg belső mérőoldat hozzáadása után.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

4. Azonosítás**4.1. Reagensek**

Minden vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1.1. Nátrium-hidroxid, 0,5 M oldat.**4.1.2. Folin reagens**

Oldjunk fel 0,1 g nátrium-3,4-dihidro-3,4-dioxonaftalin-1-szulfonátot vízben, és hígítsuk fel 100 ml-re.

4.2. Eljárás

A minta 1 ml-éhez adjunk 10 ml 4.1.1 és 1 ml 4.1.2. pontban szereplő anyagot. Lila elszíneződés jelzi a nitro-metán jelenlétét.

5. Meghatározás**5.1. Reagensek**

Minden vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

5.1.1. Kloroform (belső standard 1).**5.1.2. 2,4-dimetil-heptán (belső standard 2).****5.1.3. Etanol, 95%.****5.1.4. Nitro-metán.****5.1.5. Kloroform mérőoldat**

Egy mérlegelt 25 ml-es mérőlombikba tegyünk kb. 650 mg kloroformot (5.1.1.). Pontosan mérjük le ismét a lombikot és a tartalmát. Töltsük fel 25 ml-re 95%-os etanollal (5.1.3.). Mérjük le és számítsuk ki ennek az oldatnak a tömegszázalékos kloroform tartalmát.

5.1.6. 2,4-dimetil-heptán mérőoldat

Hasonlóan készítsük el, mint a kloroform összehasonlító oldatot, de 270 mg 2,4-dimetil-heptánt (5.1.2.) mérjük be a 25 ml-es mérőlombikba.

5.2. Eszközök**5.2.1. Gázkromatográf, lángionizáció mérésére alkalmas detektorral.****5.2.2. Aeroszol minták vételezésére alkalmas eszközök (mintavételi palack, mikrofecskendő, csatlakozó stb.), amint azt a 1980. december 22-i 80/1335/EGK bizottsági irányelv¹ a mellékletének II. fejezete részletesen leírja.****5.2.3. Szokásos laboratóriumi felszerelés.****5.3. Eljárás****5.3.1. A minta előkészítése**

Egy lemért 100 ml-es mintavételi palackba, amelyet a fent e mlített irányelv II. fejezetének 5.4. pontjában leírt eljárásnak megfelelően gázmentesítettük vagy kiszívattunk, tegyünk kb. 5 ml-t valamelyik belső standardból (5.1.5. vagy 5.1.6.). Használjunk 10 vagy 20 ml-es üvegfecskendőt, tű nélkül, amely megfelel a csatlakozóelemnek a Bizottság fent e mlített irányelve II. fejezetének (5) bekezdésében leírt technikának. Ugyanezzel a technikával vigyünk be a palackba kb. 50 g mintát az aeroszolos flakon tartalmából. Mérjük le ismét a tömegét a bevitt minta mennyiségének meghatározásához. Keverjük jól össze.

Fecskendezzünk be 10 ÷ 1-t a megadott mikrofecskendő (5.2.2.) alkalmazásával. Végezzünk öt befecskendezést.

¹ HL L 383. szám, 1980.12.31., 27. o.

5.3.2. A mérőoldat előkészítése

Pontosan mérjük be kb. 500 mg nitro-metánt (5.1.4.) és vagy 500 mg kloroformot (5.1.1.) vagy 210 mg 2,4-dimetil-heptánt (5.1.2.) egy 50 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 95%-os etanollal (5.1.3.). Keverjük jól össze. Tegyük 5 ml-t ebből az oldatból egy 20 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 95%-os etanollal (5.1.3.). Fecskendezzünk be 10 ñl-t a megadott mikrofecskendő (5 .2.2.) alkalmazásával. Végezzünk öt befecskendezést.

5.3.3. Gázkromatográfiás körülmények

5.3.3.1. Oszlop

Az oszlop két részből áll, az első didecil-ftalátot tartalmaz Gas Chrom Q tölteten, a második Ucon 50 HB 280 X-et Gas Chrom Q tölteten. Az így elkészített összetett oszlop felbontásának eredménye „R” 1,5 vagy annál jobbnak kell lennie:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

legyen:

r_1 és r_2 = retenciós idő (percben),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége (milliméterben),

d' = a papíradagolás sebessége (milliméter/percben).

Példaként a következő két rész a kívánt eredményt hozza:

„A” oszlop

Alapanyag: rozsdamentes acél

Hossz: 1,5 m

Átmérő: 3 mm

Töltet: 20% didecil-ftalát, Gas Chrom Q-n (100-120 mesh).

„B” oszlop

Alapanyag: rozsdamentes acél

Hossz: 1,5 m

Átmérő: 3 mm

Töltet: 20% Ucon 50 HB 280X, Gas Chrom Q-n (100-120 szemcseméret).

5.3.3.2. Detektor:

A megfelelő érzékenységű beállítás a lángionizációs detektor elektrométere számára 8×10^{-10} A.

5.3.3.3. Hőmérsékleti körülmények

A következő értékek bizonyultak alkalmasnak:

Befecskendezés: 150 °C,

Detektor: 150 °C,

Oszlop: 50 °C és 80 °C között az egyes oszlopok és eszközök típusától függően.

5.3.3.4. Alkalmas gázellátás

Vivőgáz: nitrogén.

Nyomás: 2,1 bar.

Ára mlási sebesség: 40 ml/perc.

Detektor ellátás: a detektor gyártójának meghatározása szerint.

6. Számítások

- 6.1. A nitro-metán arányossági tényezőjének kiszámítása az alkalmazott belső standardhoz viszonyítva

Ha „n” jelenti a nitro-metánt:

legyen:

k_n = a választényezője,

m'_n = a tömege (grammban) a keverékben,

S'_n = a csúcsterülete.

Ha „c” jelenti a belső standardot, a kloroformot vagy a 2,4-dimetil-heptánt:

legyen:

m'_c = a tömege (grammban) a keverékben,

S'_c = a csúcsterülete,

akkor:

$$k_n = \frac{m'_n}{m'_c} \times \frac{S'_c}{S'_n}$$

(k_n a felszerelés függvénye).

- 6.2. A mintában lévő nitro-metán koncentrációja

Ha „n” jelenti a nitro-metánt:

Legyen:

k_n = a arányossági tényező,

S_n = a csúcsterülete,

Ha „c” jelenti a belső standardot, a kloroformot vagy a 2,4-dimetil-heptánt:

Legyen:

m_c = a tömege (grammban) a keverékben,

S_c = a csúcsterülete,

M = a bevitt aeroszol tömege (grammban),

akkor a nitro-metán%-os (m/m) aránya a mintában:

$$\frac{m_c}{M} \times \frac{k_n \times S_n}{S_c} \times 100$$

7. Ismételhetőség¹

Kb. 0,3%-os (m/m) nitro-metán tartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,03%-ot (m/m).

V. TIOGLIKOLSAV AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA HAJHULLÁMOSÍTÓ-, HAJKIEGYENESÍTŐ- ÉS SZŐRTELENÍTŐ SZEREKBEN

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a tioglikolsav (merkaptó-ecetsav) azonosítását és mennyiségi meghatározását írja le hajhullámosító, hajkiegyenesítő- és szőrtelenítő szerekben, amelyekben más redukáló szerek is jelen lehetnek.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott tioglikolsav tartalmát a tioglikolsav tömegszázalékában fejezzük ki.

3. Alapelv

A tioglikolsavat színreakcióval és vékonyréteg kromatográfiával azonosítjuk, és mennyiségét jodometriásan vagy gázkromatográfiával határozzuk meg.

4. Azonosítás

4.1. Azonosítás színreakcióval

4.1.1. Reagens

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1.1.1. Ólom-di(acetát) papír.

4.1.1.2. Sósav oldat (egy térfogat tömény sósav és egy térfogat víz).

4.1.2. Eljárás

4.1.2.1. Tioglikolsav azonosítása az ólom-di(acetáttal) létrejövő színreakció segítségével
Helyezzük a vizsgálati minta egy cseppjét ólom-di(acetát) papírra (4.1.1.1.). Ha élénk sárga szín jelenik meg, akkor valószínű a tioglikolsav jelenléte.
Érzékenység 0,5%.

4.1.2.2. A szerves szulfidok jellemzése savanyításra keletkező hidrogén-szulfid képződése alapján

Helyezzük a minta néhány milligrammját egy vizsgálati kémcsőbe. Adjunk hozzá 2 ml desztillált vizet és 1 ml sósavat (4.1.1.2.). Hidrogén-szulfid fejlődik, amit jellegzetes szaga alapján észlelni lehet, és fekete ólom-szulfid csapadék válik ki az ólom-di(acetát) papíron (4.1.1.1.).

Érzékenység 50 ppm.

4.1.2.3. A szulfidok jellemzése savanyításra keletkező kén-dioxid képződése alapján
Járunk el a 4.1.2.2. pontban leírtak szerint. Forraljuk fel. A fejlődő kén-dioxidot a szaga és a pl. permanganát ionokon megfigyelhető redukáló tulajdonsága alapján észlelni lehet.

4.2. Azonosítás vékonyréteg kromatográfiával

4.2.1. Reagens

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie, kivéve, ha egyéb előírás van feltüntetve.

4.2.1.1. Tioglikolsav, legalább 98%-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.

4.2.1.2. 2,2'-ditio-di(ecetsav), legalább 99%-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.

4.2.1.3. Tiolaktánsav, legalább 95%-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.

4.2.1.4. 3-merkaptó-propánsav, legalább 98%-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.

4.2.1.5. 1-tioglicerín, legalább 98%-os tisztaságú, jodometriával megvizsgálva.

4.2.1.6. Vékonyréteg lapok, szilikagél, készgyártmány kiszerezésben, 0,25 mm vastag.

4.2.1.7. Vékonyréteg lapok, alumínium-oxid, Merck F 254 E vagy ezzel azonos.

4.2.1.8. Sósav, tömény $d_4^{20} = 1,19$ g/ml.

4.2.1.9. Etil-acetát.

4.2.1.10. Kloroform.

4.2.1.11. Diizopropil-éter.

4.2.1.12. Szén-tetraklorid.

4.2.1.13. Jégecet.

4.2.1.14. Kálium-jodid, 1%-os (m/v) vizes oldat.

- 4.2.1.15. Platina-tetraklorid, 0,1%-os (m/v), vizes oldat.
- 4.2.1.16. Oldószerek
- 4.2.1.16.1. Etil-acetát (4.2.1.9.), kloroform (4.2.1.10.), diizopropil-éter (4.2.1.11.), ecetsav (4.2.1.13.) (20:20:10:10, térfogatarányban).
- 4.2.1.16.2. Kloroform (4.2.1.10.), ecetsav (4.2.1.13.) (90:20, térfogatarányban).
- 4.2.1.17. Detektálószer
- 4.2.1.17.1. Használat előtt közvetlenül keverjük össze egyenlő térfogatokat a (4.2.1.14.) és a (4.2.1.15.) oldatból.
- 4.2.1.17.2. Bróm oldat, 5% (m/v):
Oldjunk fel 5 g brómot 100 ml szén-tetrakloridban (4.2.1.12.).
- 4.2.1.17.3. Fluoreszcein oldat, 0,1% (m/v):
Oldjunk fel 100 mg fluoreszceint 100 ml 95%-os etanolban.
- 4.2.1.17.4. Hexaammónium-heptamolibdát, 10%-os (m/v), vízben feloldva.
- 4.2.1.18. Összehasonlító oldatok
- 4.2.1.18.1. Tioglikolsav (4.2.1.1.), 0,4%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.2. 2,2'-ditio-di(ecet)sav (4.2.1.2.), 0,4%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.3. 2-merkaptó-propánsav (4.2.1.3.), 0,4%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.4. 3-merkaptó-propánsav (4.2.1.4.), 0,4%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.1.18.5. 3-merkaptó-1,2-propándiol (4.2.1.5.), 0,4%-os (m/v) vizes oldata.
- 4.2.2. Eszközök
Szokásos laboratóriumi felszerelés vékonyréteg kromatográfiához.
- 4.2.3. Eljárás
- 4.2.3.1. A vizsgálati minták kezelése
Savasítsuk meg a vizsgálati mintát pH 1-re néhány csepp sósavval (4.2.1.8.) és szűrjük le, ha szükséges.
Egyes esetekben érdemes lehet a mintát felhígítani. Ha így járunk el, a sósavas savasítást a hígítás előtt végezzük el.
- 4.2.3.2. Kioldás
Helyezzünk a lapra 1 ÷ l mintaoldatot (4.2.3.1.) és egy-egy ml-t mind az öt összehasonlító oldatból (4.2.1.18.). Szárítsuk meg óvatosan gyenge nitrogénáram alatt és oldjuk ki a lapot a 4.2.1.16.1 vagy a 4.2.1.16.2. pontban felsorolt oldattal. Szárítsuk meg a lapokat amilyen gyorsan csak lehet, a tiolok oxidálódásának lehető legkisebbre való csökkentése érdekében.
- 4.2.3.3. Detektálás
Permetezzük be a lapot a három reagens egyikével (4.2.1.17.1., 4.2.1.17.3. vagy 4.2.1.17.4.). Ha a lapot a (4.2.1.17.3.) reagenssel permetezzük be, akkor kezeljük azt tovább telített brómgőzzel, amíg a foltok láthatóvá nem válnak. A (4.2.1.17.4.) permetező-reagenssel való detektálás csak akkor lehet kielégítő, ha a vékonyréteg szárításának időtartama nem haladta meg a 30 percet.
- 4.2.3.4. Kiértékelés
Hasonlítsuk össze az R_f értékeket és az összehasonlító oldatok színét a standardokéval. Az alább megadott átlagos R_f értékek csupán támpontként szolgálnak az összehasonlításhoz. Azok a következőktől függenek:
- a vékonyréteg aktiválási állapota a kromatográfia időpontjában,
 - a kromatográfias kád hőmérséklete.

Példa a szilikagél vékonyrétegen kapott R_f értékekhez:

	Oldószer	
	4.2.1.16.1.	4.2.1.16.2.
Tioglikolsav	0,25	0,80
2-merkaptó-propánsav	0,40	0,95
2,2'-ditio-di(ecet)sav	0,00	0,35
3-merkaptó-propánsav	0,45	0,95
3-merkaptó-1,2-propándiol	0,45	0,35

5. Mennyiségi meghatározás

A meghatározást mindig a jodometriás eljárással kell kezdeni.

5.1. Jodometria

5.2.1. Alapelv

A meghatározás az „-SH” csoport jódos oxidálásán alapul, savas közegben az alábbi egyenletnek megfelelően:



5.1.2. Reagensek

Jódos mérőoldat 0,1N,

5.1.3. Eszközök

Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.1.4. Eljárás

Pontosan mérjük be egy 0,5 és 1 g közötti mennyiséget a mintából egy 150 ml-es dugóval ellátott Erlenmeyer lombikba, amely 50 ml desztillált vizet tartalmaz. Adjunk hozzá 5 ml sósavat (4.1.1.2.) (az oldat pH-ja 0 körül legyen) és titráljuk jóddal 0,1N oldattal (5.1.2.), amíg a sárga szín megjelenik. Alkalmazzunk indikátort (pl. keményítőoldatot vagy szén-tetrakloridot) igény szerint.

5.1.5. Számítás

A tioglikolsav tartalmát a következő képlet segítségével lehet kiszámítani:

$$\% \text{ (m/m)} = \frac{92 \times n \times 100}{1000 \times 10 \times m} = \frac{0,92n}{m}$$

ahol:

m = a kivett vizsgálati minta tömege (grammban),

n = a felhasznált jód 0,1 oldat (5.1.2.) térfogata.

5.1.6. Megjegyzések

Ha a kiszámított eredmény szerint a tioglikolsav töménysége az engedélyezett legnagyobb koncentráció 0,1%-a vagy ennél kevesebb, akkor nincs értelme további meghatározásokat végrehajtani. Ha az eredmény egyenlő vagy nagyobb mint a megengedett legnagyobb koncentráció, és az azonosítás több redukálószer jelenlétét mutatta ki, akkor szükséges a gázkromatográfiás meghatározás végrehajtása.

5.2. Gázkromatográfia

5.2.1. Alapelv

A tioglikosavat elválasztjuk a hordozóanyagtól kadmium-di(acetát) oldattal történő kicsapítás segítségével. Diazometános metilálás után, amelyet helyben vagy előre készítünk el dietil-éteres oldatban, a tioglikosav metil-származékát gáz/folyadék-kromatográfiával mérjük, metil-oktanoát belső standard alkalmazása mellett.

5.2.2. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

5.2.2.1. Tioglikosav, 98%.

5.2.2.2. Sósav, $d_4^{20} = 1,19$ g/ ml.

5.2.2.3. Metanol.

5.2.2.4. Kadmium-di(acetát) dihidrát, 10%-os (m/v) vizes oldata.

5.2.2.5. Metil-oktanoát, 2%-os (m/v) metanolos oldata.

5.2.2.6. Acetát puffer oldat, 5 pH

Nátrium-acetát trihidrát, 77 g.

Jégecet, 27,5 g.

Ioncserélt víz egy liter végső térfogat eléréséig.

5.2.2.7. Sósav, 3 M oldat metanolban (5.2.2.3.), frissen készített.

5.2.2.8. N-metil-3-nitro-1-nitrozo-guanidin.

5.2.2.9. Nátrium-hidroxid, 5 M oldat.

5.2.2.10. Jód, 0,05 M standard oldat.

5.2.2.11. Dietil-éter.

5.2.2.12. Diazo-metán oldat N-metil-N-nitrozo-toluol-4-szulfonamidből készítve (Fieser, Reagents for Organic Synthesis, Wiley kiadó, 1967).

A kapott oldat kb. 1,5 g diazo-metánt tartalmaz 100 ml dietil-éterben. Mivel a diazo-metán mérgező és nagyon bomlékony gáz, minden kísérletet hatékony elszívófülke alatt kell végezni és kerülni kell a csiszolatos üvegeszközök alkalmazását (különleges eszközök állnak rendelkezésre ebből a célból).

5.2.3. Eszközök

5.2.3.1. Szokásos laboratóriumi berendezés.

5.2.3.2. Eszközök a diazo-metán előállítására a helyben történő metiláláshoz (lásd Fales, H.M., Jaouni, T.M. and Babashak, J.F., *Analyt. Chem.* 1973, 45, 2302).

5.2.3.3. Eszközök a diazo-metán a Fieser szerinti előzetes elkészítéséhez.

5.2.4. A minta előkészítése

Pontosan mérjük be egy 50 ml-es centrifugacsőbe annyi mennyiségű mintát, hogy várhatóan 50-70 mg tioglikosavat kapjunk. Savasítsuk meg egy pár csepp tömény sósavval (5.2.2.2.), hogy kb. pH 3 oldatot kapjunk.

Adjunk hozzá 5 ml ioncserélt vizet és 10 ml acetát puffer oldatot (5.2.2.6.).

Ellenőrizzük pH papírral, hogy a pH értéke 5 körül legyen. Ezután adjunk hozzá 5 ml kadmium-di(acetát) oldatot (5.2.2.4.).

Várjunk 10 percet, majd centrifugáljuk legalább 15 percig 4000 g érték mellett. Távolítsuk el a felülúszó folyadékot, amely tartalmazhat oldhatatlan zsírt (krém termékek esetében). Ezt a zsírt nem szabad összetéveszteni a tiolokkal, amelyek tömörítetten gyűlnek össze a cső alján. Ellenőrizzük, hogy nem történik csapadékkiválás, amikor a felülúszóhoz néhány csepp kadmium-di(acetát) oldatot (5.2.2.4.) adunk.

Ha a korábbi meghatározás kimutatta, hogy nincsenek további redukáló anyagok a tiolokon kívül, jodometriásan ellenőrizzük, hogy a felülúszó folyadékban lévő tiolok mennyisége nem haladja-e meg az eredeti mennyiség 6-8%-át.

Tegyünk 10 ml metanolt (5.2.2.3.) a csapadékot tartalmazó centrifugacsőbe és óvatosan oszlassuk el a csapadékot keverő segítségével. Centrifugáljuk ismét legalább 15 percig 4000 g mellett. Öntsük el a felülúszót és ellenőrizzük annak tiolmentességét.

Mossuk a csapadékot még egyszer ugyanezzel az eljárással.

Még mindig ugyanazt a centrifugacsövet használva, adjunk hozzá:

- 2 ml metil-oktanoát oldatot (5.2.2.5.),
- 5 ml metanolos sósavat (5.2.2.7.).

Oldjuk fel teljesen a tiolokat (egy kevés oldhatatlan csapadék megmaradhat a hordozóanyagból). Ez az oldat az „S” oldat.

Ennek az oldatnak egy részletén jodometriásan ellenőrizzük, hogy a tioltartalom legalább 90%-a annak, amit korábban az 5.1. pontban kaptunk.

5.2.5. Metilálás

A metilálást vagy a folyamat során helyben (5.2.5.1.), vagy előre elkészített diazo-metánnal (5.2.5.2.) végezzük.

5.2.5.1. Helyben történő metilálás

A metiláló eszközökbe (5.2.3.2.), ami 1 ml étert (5.2.2.11.) tartalmaz tegyünk 50 ÷ 1 „S” oldatot és metiláljunk az (5.2.3.2.) módszer szerint, kb. 300 mg N-metil-3-nitro-1-nitrozo-guanidin (5.2.2.8.) felhasználásával. 15 perc után (az éteres oldatnak sárga színűnek kell lennie a diazo-metán felesleg jelenléte miatt) tegyük a mintaoldatot egy 2 ml-es üvegcsébe, amelyiknek légmentes dugója van. Tegyük éjszakára hűtőszekrénybe. Metiláljunk két mintát párhuzamosan.

5.2.5.2. Metilálás előre elkészített diazo-metán oldattal

Tegyünk egy 5 ml-es, dugóval ellátott lombikba 1 ml diazo-metán oldatot (5.2.2.12.) és 50 ÷ 1 „S” oldatot. Tegyük éjszakára hűtőszekrénybe.

5.2.6. A standard elkészítése

Készítsünk el egy ismert erősségű standard tioglikosav oldatot (5.2.2.1.), ami kb. 60 mg tiszta tioglikosavat (5.2.2.1.) tartalmaz 2 ml-ben.

Ez az „E” oldat.

Csapassunk ki, mérjük és metiláljunk az 5.2.4. és az 5.2.5. pont szerinti eljárásnak megfelelően.

5.2.7. Gázkromatográfiás körülmények

5.2.7.1. Oszlop

Típus: rozsdamentes acél

Hossz: 2 m

Átmérő: 3 mm

5.2.7.2. Töltet

20% didecil-ftalát, kromoszorb, WAW 80-100 mesh szemcseméret.

5.2.7.3. Detektor

Lángionizációs. Megfelelő érzékenységű beállítás a lángionizációs detektor elektrométere számára a 8×10^{-10} A.

5.2.7.4. Gázellátás

Vivőgáz: nitrogén.

nyomás: 2,2 bar.

áramlási sebesség: 35 ml/perc.

Segédgáz: hidrogén.

nyomás: 1,8 bar.

áramlási sebesség: 15 ml/perc.

Detektor ellátás: a detektor gyártójának előírásai szerint.

5.2.7.5. Hőmérsékleti körülmények

Befecskendezési hely: 200 °C,

Detektor: 200 °C,

Oszlop: 90 °C.

5.2.7.6. A papíradagolás sebessége

5 mm/perc.

5.2.7.7. Befecskendezett mennyiség

3 ñl. Végezzünk öt befecskendezést.

5.2.7.8. A kromatográfia körülményei útmutatás céljából vannak megadva. Ezek lehetővé teszik, hogy az oszlop „R” felbontása 1,5 vagy annál jobbat eredményezzen, ahol:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

legyen:

r_1 és r_2 = retenció idő (percben),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége (milliméterben),

d' = a papíradagolás sebessége (milliméter/percben kifejezve).

Ajánlott, hogy a kromatográfia befejezésekor a hőmérsékletet 10 °C/perc sebességgel 90 °C-ról 150 °C-ra növeljük annak érdekében, hogy a következő méréseket esetlegesen zavaró vegyületeket eltávolítsuk.

5.2.8.. Számítások

5.2.8.1. A arányossági tényező a tioglikosav esetében

Ezt a metil-oktanoátra vonatkoztatva számítjuk ki a standard keverék alapján.

legyen:

t = tioglikosavat

k_t = az arányossági tényezője,

m'_t = a tömege (milligrammban) a keverékben,

S'_t = a csúcsterülete.

c = metil-oktanoát

legyen:

m'_c = a tömege a keverékben (milligrammban),

S'_c = a csúcsterülete,

akkor:

$$k_t = \frac{m'_t}{m'_c} \times \frac{S'_c}{S'_t}$$

Ez a tényező az alkalmazott eszközöktől függően változik.

5.2.8.2. A mintában lévő tioglikosav koncentrációja

legyen:

t = tioglikosavat

k_t = az arányossági tényezője,

S_t = a csúcsterülete.

c = metil-oktanoátot

legyen:

m_c = „c” tömege a keverékben (milligrammban),

S_c = a csúcsterülete,

M = a kezdeti vizsgálati minta tömege (milligrammban),

akkor:

$$\frac{m_c}{M} \times \frac{k_t \times S_t}{S_c} \times 100$$

6. Ismételhetőség¹

8%-os (m/m) tioglikosav tartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,8%-ot (m/m).

VI. HEXAKLOROFÉN AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer minden kozmetikai termék esetében alkalmazható.

2. Alapelv

A mintában lévő hexaklorofént etil-acetáttal kivonjuk és vékonyréteg kromatográfiával azonosítjuk.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Kénsav, 4 M oldat.

3.2. Celite AW.

3.3. Etil-acetát.

3.4. Oldószer: benzol, ami 1% (v/v) jégecetet tartalmaz.

3.5. I. előhívószer:

Rhodamine B oldat: oldjunk fel 100 mg Rhodamine B-t 150 ml dietil-éter, 70 ml abszolút etanol és 16 ml víz keverékében.

3.6. II. előhívószer:

2,6-dibróm-4-(klórimino)-2,5-ciklohexadienon oldat: oldjunk fel 2,6-dibróm-4-(klórimino)-2,5-ciklohexadienont 100 ml metanolban (naponta frissen készítsük).

Nátrium-karbonát oldat: oldjunk fel 10g nátrium-karbonátot 100 ml ioncserélt vízben.

3.7. Összehasonlító oldat:

Készítsünk hexaklorofén, 0,05%-os (m/v) etil-acetátos oldatból.

4. Eszközök

4.1. Kiesel gél 254 TLC lapok, 200x200 mm (vagy ezzel egyenértékű).

4.2. Szokásos TLC berendezés.

4.3. Hőszabályozós fürdő 26 °C-ra beállítva a kromatográfiás kád számára.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

5. A vizsgálati minta előkészítése

- 5.1. Alaposan keverjük össze 1 g homogenizált mintát 1 Celite AW-vel (3.2.) és 1 ml kénsavval (3.1.).
- 5.2. Szárítsuk 100 °C-on, két órán keresztül.
- 5.3. Hûtsük le és finoman törjük porrá a megszáradt maradékot.
- 5.4. Végezzünk két kivonást, 10 ml etil-acetáttal (3.3.) mindkét alkalommal, centrifugáljuk minden kivonás után és egyesítsük az etil-acetátos rétegeket.
- 5.5. Párologtassuk el 60 °C-on.
- 5.6. Oldjuk fel a maradékot 2 ml etil-acetátban (3.3.).

6. Eljárás

- 6.1. Vigyünk fel 2 ðl-t a vizsgálati mintaoldatból (5.6.) és 2 ðl-t az összehasonlító oldatból (3.7.) egy TLC lapra (4.1.).
- 6.2. Telítsük a kádat (4.3.) az oldószerrel (3.4.).
- 6.3. Tegyük a TLC lapot a kádba és futtassuk 150 mm magasságig.
- 6.4. Távolítsuk el a TLC lapot és szárítsuk meg egy szellőztetett kemencében kb. 105 °C-os hőmérsékleten.
- 6.5. Kimutatás
A hexaklorofén cseppeket a vékonyrétegen a 6.5.1. vagy 6.5.2.pont szerint lehet kimutatni.
- 6.5.1. Permetezzük az I. előhívószert (3.5.) a lapra. 30 perc után vizsgáljuk meg a lapot UV fény alatt 254 nm-en.
- 6.5.2. Permetezzük a II. előhívószert 2,6-dibrom-4-(klórimino)-2,5-ciklohexadienon oldatát (3.6.) a lapra. Ezután szórjunk a lapra nátrium-karbonát oldatot (3.6.). 10 perc után, napfény mellett, szobahőmérsékleten szárítva vizsgáljuk meg a lapot.

7. Az eredmények értelmezése

- 7.1. I. előhívószert (3.5.):
A hexaklorofén kékes foltként jelenik meg egy sárga-narancssárga fluoreszcens háttéren, kb. 0,5 Rf értékkel.
- 7.2. II. előhívószert (3.6.):
A hexaklorofén égszínkék-türkizkék színû foltként jelenik meg fehér háttéren, kb. 0,5 Rf értékkel.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer minden kozmetikai termék esetében alkalmazható.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott hexaklorofén tartalmát a hexaklorofén tömegszázalékában fejezzük ki.

3. Alapelv

A hexaklorofén mennyiségi meghatározása, metilszármazékká alakítása után gázkromatográfiával történik elektronbefogásos detektor segítségével.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. Etil-acetát.
- 4.2. N-metil-N-nitrozo-p-toluol-szulfonamid (diazald).
- 4.3. Dietil-éter.
- 4.4. Metanol.
- 4.5. 2-(2-etoxi-etoxi)-etanol (karbitol).
- 4.6. Hangyasav.
- 4.7. Kálium-hidroxid, 50%-os (m/m) vizes oldat (naponta frissen készítsük).
- 4.8. Hexán a spektroszkópiához.
- 4.9. Brómklorofén (1. számú standard).
- 4.10. 4,4',6,6'-tetraklór-2,2'-tiodifenol (2. számú standard).
- 4.11. 2,4,4'-triklór-2-hidroxi-difenil-éter (3. számú standard).
- 4.12. Aceton.
- 4.13. 4 M kénsav.
- 4.14. Celite AW.
- 4.15. Hangyasav etil-acetátos, 10%-os (v/v) oldata.
- 4.16. Hexaklorofén.

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Diazo-metán készítésére alkalmas mini eszközök (Analyt. Chem., 1973, 45, 2302-3.).
- 5.3. Gázkromatográf, 63 Ni forrásból származó elektronbefogásos detektorral felszerelve.

6. Eljárás

- 6.1. A hitelesítő oldat előkészítése
A standardot úgy kell kiválasztani, hogy az ne zavarja a vizsgálati termék hordozóanyagában lévő egyik összetevőt se. Általában az 1. számú standard (4.9.) a legalkalmasabb.
- 6.1.1. Pontosan mérjünk be kb. 50 mg-ot az 1. (4.9.), a 2. (4.10.) vagy a 3. (4.11.) számú standardból és 50 mg hexaklorofént (4.16.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig etil-acetáttal (4.1.) (A oldat). Hígítsuk fel az A oldat 10 ml-ét 100 ml-re etil-acetáttal (4.1.) (B oldat).
- 6.1.2. Pontosan mérjünk be kb. 50 mg-ot az 1. (4.9.), a 2. (4.10.) vagy a 3. (4.11.) számú standardból egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig etil-acetáttal (4.1.) (C oldat).
- 6.2. A minta előkészítése¹
Pontosan mérjünk be 1 g-ot a homogenizált mintából és keverjük alaposan össze 1 ml kénsavval (4.13.), 15 ml acetonnal (4.12.) és 8 g Celite AW-vel (4.14.). Szárítsuk a keveréket levegőn 30 percig gőzfürdőre téve, azután szárítsuk másfél órán keresztül szellőztetett kemencében. Hűtsük le, finoman törjük porrá a maradékot és tegyük át egy üveg oszlopba. Oldjuk etil-acetáttal (4.1.) és gyűjtsünk össze 100 ml-t. Adjunk hozzá 2 ml belső standardot (C oldat) (6.1.2.).
- 6.3. A minta metilálása
Hűtsük az összes reagenst és a készüléket 0 és 4 °C között két órán keresztül. A diazo-metán készülék külső rekeszébe tegyünk 1,2 ml-t a 6.2. pont szerint kapott oldatból, és 0,1 ml metanolt (4.4.). Tegyük kb. 200 mg diazaldot (4.2.) a középső

¹ A terméktípusok széles skálája miatt, amelyekben hexaklorofén lehet jelen, fontos, hogy ezzel az eljárással először ellenőrizzük a hexaklorofén kinyerhetőségét a mintából, az eredmények felvétele előtt. Ha a kinyerhetőség alacsony, akkor változtatásokat kell bevezetni, mint pl. az oldószer kicserélése (benzol az etil-acetát helyett) stb., az érintett felek egyetértésével.

tárolóba, adjunk hozzá 1 ml karbitolt (4.5.) és 1 ml dietil-étert (4.3.), és oldjuk fel. Szereljük össze a készüléket majd félig eresszük egy 0 °C-os fürdőbe és fecskendő segítségével tegyünk 1 ml lehűtött kálium-hidroxid oldatot (4.7.) a középső tárolóba. A diazo-metán hatására sárga szín képződik, ami megmarad. Ha a sárga szín nem marad meg, ismételjük meg a metilálást további 200 mg diazald (4.2.) hozzáadásával¹.

A készüléket vegyük ki a fürdőből 15 perc után, és szobahőmérsékleten hagyjuk lezárva 12 órára. Ezt követően nyissuk ki a készüléket, reagáltassuk el a diazo-metán felesleget néhány csepp 10%-os (v/v) etil-acetátos hangyasav oldattal (4.15.) és tegyük át a szerves oldatot egy 25 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig hexánnal (4.8.).

Fecskendezzünk be 1,5 ñl-t ebből az oldatból a kromatográfba.

6.4. A standard metilálása

Hűtsük az összes reagenst és a készüléket 0 és 4 °C között két órán keresztül. A diazo-metán készülék külső rekeszébe tegyük a következőket:

0,2 ml B oldat (6.1.1.),

1 ml etil-acetát (4.1.),

0,1 ml metanol (4.4.).

Hajtsuk végre a metilálást a 6.3. szerint. Fecskendezzünk be 1,5 ñl-t a létrejött oldatból a kromatográfba.

7. Gázkromatográfia

Az oszlop felbontásával „R” 1,5 vagy annál nagyobb kell, hogy legyen, ahol:

$$R = 2 \frac{d'(r_2 - r_1)}{W_1 + W_2}$$

legyen:

r_1 és r_2 = retenciók idők (percben),

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság félénél mért szélessége (milliméterben),

d' = a papíradagoló-sebesség (milliméter/percben kifejezve).

Példaként a következő kromatográfiás körülmények a kívánt eredményt adják:

Oszlop: rozsdamentes acél

Hossz: 1,7 m

Átmérő: 3 mm

Hordozó:

kromosorb: WAW

szitaanalízis: 80-100 mesh.

Álló fázis: 10% OV 17.

Hőmérsékletek:

oszlop: 280 °C,

befecskendezési: 280 °C,

detektor: 280 °C.

Vivőgáz: oxigénmentes nitrogén.

Nyomás: 2,3 bar.

Áramlási sebesség: 30 ml/perc.

¹ Ennek a sárga elszíneződésnek a fennmaradása jelzi a diazo-metán felesleg jelenlétét, ami szükséges a minta teljes metilálásának biztosításához.

8. Számítás

8.1. A hexaklorofén arányossági tényezője

Ezt a választott standardhoz viszonyítva számíthatjuk ki a standard keverékre vonatkoztatva:

Legyen:

h	=	a hexaklorofén,
k_h	=	az arányossági tényezője,
m'_h	=	a tömege a keverékben (grammban),
A'_h	=	a csúcsterülete,
s	=	a választott standard,
m'_s	=	a tömege a keverékben (grammban),
A'_s	=	a csúcsterülete,

akkor:

$$k_h = \frac{m'_h}{m'_s} \times \frac{A'_s}{A'_h}$$

8.2. A mintában lévő hexaklorofén koncentrációja

Legyen:

h	=	a hexaklorofén,
k_h	=	az arányossági tényezője,
A_n	=	a csúcsterülete,
s	=	a választott standard,
m_s	=	a tömege a keverékben (grammban),
A_c	=	a csúcsterülete,
M	=	a felhasznált vizsgálati minta tömege (grammban),

akkor a hexaklorofén%-os (m/m) aránya a mintában:

$$\frac{m_s \times k_h \times A_n \times 100}{M \times A_s}$$

9. Ismételhetőség¹

0,1%-os (m/m) nitro-metán tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,005%-ot (m/m).

VII. TOZIL-KLÓRAMID-NÁTRIUM (INN) (KLÓRAMIN-T) MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a tozil-klóramid-nátrium (klóramin-T) vékonyréteg kromatográfiás mennyiségi meghatározását írja le kozmetikai termékekben.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott klóramin-T tartalmát tömegszázalékban (m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

A klóramin-T-t sósavas forralással teljesen elhidrolizáljuk 4-toluol-szulfonamiddá.

A képződött 4-toluol-szulfonamidot mennyiségét foto-denzitometriásan vékonyréteg kromatográfiával határozzuk meg.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Tozil-kóramid-nátrium (klóramin-T).

4.2. 4-toluol-szulfonamid standard oldata: 50 mg 4-toluol-szulfonamid 100 ml etanolban (4.5.).

4.3. Sósav, 37%-os (m/m), $d_4^{20} = 1,18$ g/ ml.

4.4. Dietil-éter.

4.5. Etanol, 96% (v/v).

4.6. Előhívó oldat.

4.6.1. 1-butanol/etanol (4.5.)/víz (40: 4: 9; v/v/v), vagy

4.6.2. Kloroform/aceton (6:4; v/v).

4.7. Előkészített vékonyréteg lapok, szilikagél 60, fluoreszcens indikátor nélkül.

4.8. Kálium-permanganát.

4.9. Sósav, 15% (m/m).

4.10. Permetező-reagens: 2-toluidin, 1%-os (m/v) etanolos (4.5.) oldat.

5. Eszközök

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.2. Szokásos vékonyréteg kromatográfiás berendezés.

5.3. Foto-denzitométer.

6. Eljárás

6.1. Hidrolízis

6.1.1. Pontosán mérjük be egy 50 ml-es gömblombikba kb. 1g mintát (m). Adjunk hozzá 5 ml vizet és 5 ml sósavat (4.3.) majd forraljuk egy órán keresztül, visszafolyós hűtő alkalmazásával. A forró szuszpenziót azonnal tegyük át vízzel egy 50 ml-es mérőlombikba. Hagyjuk lehűlni és töltsük fel a jelig vízzel. Centrifugáljuk legalább 3000-es fordulatszámon (rpm) öt percig majd eresszük át a felülúszó folyadékot egy szűrőn.

6.2. Kivonás

6.2.1. Vegyünk ki 30 ml-t a szűrletből és végezzünk három kivonást 15 ml dietil-éterrel (4.4.). Szükség esetén szárítsuk meg az éteres fázisokat majd gyűjtsük össze egy 50 ml-es mérőlombikba, és töltsük fel a jelig dietil-éterrel (4.4.).

6.2.2. Vegyünk ki 25 ml-t a szárított éteres kivonatból és nitrogénáramban párologtassuk szárazra. Oldjuk fel újra a maradékot 1 ml etanolban (4.5.).

6.3. Vékonyréteg kromatográfia

6.3.1. Cseppentsünk 20 μ l-t az etanolos maradékból (6.2.) egy vékonyréteg kromatográfiás lapra (4.7.).

Ugyanekkor és ugyanilyen módon, tegyünk 8, 12, 16 és 20 μ l-t a 4-toluol-szulfonamid standard oldatból a lapra.

- 6.3.2. Ezután hagyjuk kifejlődni kb. 150 mm-re a előhívó oldószerben (4.6.1. vagy 4.6.2.).
- 6.3.3. Az előhívó oldószer teljes elpárologtatása után tegyük a lapot 2-3 percre klórgőz atmoszférába, amelyet 100 ml sósav (4.9.) kb. 2 g kálium-permanganátra (4.8.) öntésével egy zárt edényben hozunk létre. Távolítsuk el a klórfelesleget, a lap öt percen keresztül 100 °C-os hevítésével. Ezután permetezzük be a lapot a (4.10.) reagenssel.
- 6.4. Mérés
Nagyjából egy óra után mérjük meg a lila foltokat a foto-denzitométerrel 525 nm-en.
- 6.5. A standard görbék felrajzolása
Ábrázoljuk a legnagyobb csúcsértékeket, amelyeket a 4-toluol-szulfonamid cseppek (azaz 4, 6, 8, 10 ìg cseppenként) esetében állapítottunk meg a 4-toluol-szulfonamid megfelelő mennyiségeivel szemben.

7. Megjegyzés

A módszert 0,1 vagy 0,2%-os (m/v) klóramin-T oldat (4.1.) alkalmazásával lehet ellenőrizni, amit a mintával (6.) azonos módon kezelünk.

8. Számítás

A minta klóramin-T tartalmát tömegszázalékban kifejezve a következő módon lehet kiszámítani:

$$\% \text{ (m/m) tozil-kóramid-nátrium} = \frac{1,33 \times a}{60 \times m}$$

ahol:

1,33 = a 4-toluol-szulfonamid/ klóramin-T átszámítási tényező,

a = a 4-toluol-szulfonamid mennyisége (ìg-ban) a mintában a standard görbe leolvasása alapján,

m = a kivett minta tömege (grammban).

9. Ismételhetőség¹

Kb. 0,2%-os (m/m) klóramin-T tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,03%-ot (m/m).

VIII. FLUOR MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA FOGKRÉMEKBEN

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a fogkrémekben található teljes fluor tartalom mennyiségi meghatározására készült. A módszer legfeljebb 0,25% fluortartalom esetén alkalmazható.

2. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott fluortartalmát tömegszázalékban fejezzük ki.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

3. Alapelv

A meghatározást gázkromatográfiával végezzük. A fluortartalmú vegyületekből származó fluort savas közegben, klór-trietil-szilánnal (TECS) való közvetlen reakcióval trietil-fluor-szilánná (TEFS) alakítjuk át, és egyidejűleg xilolt tartalmazó ciklohexánnal, mint belső standarddal vonjunk ki.

4. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. Nátrium-fluorid, 120 °C-on tömegállandóságig szárított.
- 4.2. Kétszer desztillált vagy azzal megegyező minőségű víz.
- 4.3. Sósav, $d_4^{20} = 1,19$ g/ml.
- 4.4. Ciklohexán (CH).
- 4.5. Xilol, amelynek nincs a kromatogramban az oldószercsúcs előtt csúcsa, ha a mintáéval (6.1.) azonos körülmények között kromatografálják. Szükség esetén desztillációval tisztítsuk (5.8.).
- 4.6. Klór-trietil-szilán (TECS Merck vagy azzal megegyező).
- 4.7. Fluor standard oldatok
- 4.7.1. Törzsoldat, 0,25 mg F⁻/ ml. Mérjük be pontosan 138,1 mg nátrium-fluoridot (4.1.) és oldjuk fel vízben (4.2.). Veszteség nélkül vigyük át az oldatot egy 250 ml-es mérőlombikba (5.5.). Hígítsuk fel a jelig vízzel (4.2.) és keverjük össze.
- 4.7.2. Hígított törzsoldat, 0,05 mg F⁻/ ml. Vigyük át pipettával 20 ml-t a törzsoldatból (4.7.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba (5.5.). Hígítsuk fel a jelig vízzel és keverjük össze.
- 4.8. Belső standard oldat
Keverjük össze 1 ml ciklohexánt (4.4.) és 5 ml xilolt (4.5.).
- 4.9. Klór-trietil-szilán/belső standard oldat
Vigyük át pipettával (5.7.) 0,6 ml-t a TECS-ből (4.6.) és 0,12 ml-t a belső standard oldatból (4.8.) egy 10 ml-es mérőlombikba. Hígítsuk fel a jelig xilollal (4.5.) és keverjük össze. Naponta frissen készítsük.
- 4.10. Perklórsav, 70% (m/v).
- 4.11. Perklórsav, 20% (m/v), vízben (4.2.).

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Gázkromatográf, láng-ionizáció mérésére alkalmas detektorral felszerelve.
- 5.3. Vortex forgó keverő vagy azzal egyenértékű.
- 5.4. Bühler kémcsőrázó, SMB1 típusú vagy azzal egyenértékű.
- 5.5. Mérőlombikok, 100 és 250 ml-es, polipropilénből készített.
- 5.6. Centrifugacsövek (üveg); 20 ml-es teflonnal bélelt csavaros kupakkal, Sovirel 611-56-os típus vagy azzal megegyező. Tisztítsuk meg a csöveket és a csavaros kupakokat néhány órás perklórsavas (4.11.) áztatással, amelyet öt, egymást követő vizes (4.2.) öblítés, és végül 100 °C-os szárítás követ.
- 5.7. Pipetták, amelyek 50-200 ÷l térfogatra beállíthatók, egyszer használatos műanyag pipettaheggyel.
- 5.8. Desztillációs berendezés, három golyós Schneider oszloppal vagy egy annak megegyező Vigreux oszloppal felszerelve.

6. Eljárás

6.1. Minta elemzés

- 6.1.1. Válasszunk ki egy bontatlan fogkrémes tubust, nyissuk fel és távolítsuk el a teljes tartalmat. Tegyük ezt bele egy műanyag tartályba, keverjük össze alaposan és tároljuk olyan körülmények között, hogy az állagát megőrizze.
- 6.1.2. Mérjünk be pontosan 150 mg (m) mintát egy centrifugacsőbe (5.6.), adjunk hozzá 5 ml vizet (4.2.) és homogenizáljuk (5.3.).
- 6.1.3. Adjunk hozzá 1 ml xilolt (4.5.).
- 6.1.4. Adjunk hozzá cseppenként 5 ml sósavat (4.3.) és homogenizáljuk (5.3.).
- 6.1.5. Adjunk hozzá pipettával 0,5 ml klór-trietil-szilán/belső standard oldatot (4.9.) a centrifugacsőben (5.6.).
- 6.1.6. Zárjuk le a csövet csavaros kupakkal (5.6.) és keverjük alaposan 45 percen keresztül egy kémcsőrázógépben (5.4.), amelyet percenkénti 150-es ütemre állítottunk.
- 6.1.7. Centrifugáljuk 10 percet olyan sebességen, hogy a fázisok tisztán elváljanak egymástól, vegyük le a cső tetejét, nyerjük ki a szerves réteget és fecskendezzünk be a szerves fázisból 3 ÷ l-t a gázkromatográfiás oszlopba (5.2.).
Megjegyzés: Kb. 20 percet vesz igénybe az összes összetevő kioldása.
- 6.1.8. Ismételjük meg a befecskendezést, számítsuk ki az átlagos csúcsterület-arányt (A_{TEFS}/A_{CH}) és olvassuk le az ehhez tartozó fluormennyiséget [milligrammban (m_1)] a standard görbéről (6.3.).
- 6.1.9. Számítsuk ki a minta összes fluortartalmát a fluor tömegszázalékában a 7. pontban megadott módon.

6.2. Kromatográfiás körülmények

6.2.1. Oszlop: rozsdamentes acél.

Hossz: 1,8 mm.

Átmérő: 3 mm.

Hordozó: Gaschrom Q 80-100-as mesh.

Alló fázis: szilikon olaj DC 200 vagy azzal megegyező: 20%. Kondicionáljuk az oszlopot egy éjszakán keresztül 100 °C-on, a vivőgáz sebesség 25 ml nitrogén percenként. Ezt ismételjük minden éjszaka. Minden negyedik vagy ötödik befecskendezés után újrakondicionáljuk az oszlopot 30 perces 100 °C-os melegítéssel.

Hőmérsékletek:

oszlop: 70 °C

fecskendő: 150 °C

detektor: 250 °C

Vivőgáz: nitrogén 35 ml percenként

6.3. Standard görbe

- 6.3.1. Tegyük pipettával egy hat centrifugacsőből (5.6.) álló sorozatba rendre 0, 1, 2, 3, 4 és 5 ml hígított fluorid standard oldatot (4.7.2.). Egészítsük ki minden cső tartalmát 5 ml-re vízzel (4.2.).
- 6.3.2. Járjunk el a 6.1.3.–6.1.6. pont között leírtak alapján, a 6.1.6. pontot is beleértve.
- 6.3.3. Fecskendezzünk be 3 ÷ l-t a szerves fázisból a gázkromatográfiás oszlopba (5.2.).
- 6.3.4. Ismételjük meg a befecskendezést és számítsuk ki az átlagos csúcsterület-arányt (A_{TEFS}/A_{CH}).
- 6.3.5. Ábrázoljuk a standard görbét a standard oldatokban (6.3.1.) lévő fluor tömegének (milligrammban) és a 6.3.4. szerint mért csúcsterület-aránynak (A_{TEFS}/A_{CH}) az

összefüggésével. Kössük össze az ábra pontjait a regressziós analízis segítségével kapott legjobban illeszkedő egyenessel.

7. Számítás

A minta összes fluortartalmának koncentrációját (a fluor tömegszázalékában) (% (m/m) F) a következőképpen adhatjuk meg:

$$\% F = \frac{m_1}{m} \times 100\%$$

ahol:

m = az vizsgálati minta (milligrammban) (6.1.2.),

m₁ = a standard görbéről (6.1.8.) leolvasott a fluor mennyisége (milligrammban)

8. Ismételhetőség¹

0,15%-os (m/m) fluortartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,012%-ot (m/m).

IX. SZERVES HIGANYVEGYÜLETEK AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

Cél és alkalmazási terület

Az alább leírt módszer azoknak a szerves higanyszármazékok azonosítására és mennyiségi meghatározására alkalmazható, amelyeket a szemén használatos kozmetikai termékben tartósítóként használnak fel. Ez a módszer a tiomersalra (INN) (nátrium-2-(etil-higany-tio)-benzoát) és a fenil-higanyra, valamint ezek sóira alkalmazható.

A. AZONOSÍTÁS

1. Alapelv

A szerves higanyvegyületeket ditizonáttal komplexáljuk. A ditizonát szén-tetrakloridos kivonása után, szilikagél vékonyréteg kromatográfiát végzünk. A ditizonát foltok narancssárga színnel jelennek meg.

2. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

2.1. Kénsav, 25% (v/v).

2.2. 1,5-difenil-3-tiokarbazon (ditizon): 0,8 mg 100 ml szén-tetrakloridban (2.4.).

2.3. Nitrogén.

2.4. Szén-tetraklorid.

2.5. Előhívó oldószer: hexán/acetón, 90:10 (v/v).

2.6. Standard oldat, 0,001%-os, vízben a következőkből:
nátrium-2-(etil-higany-tio)-benzoát,
etil-higany-klorid vagy metil-higany-klorid,

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

fenil-higany-nitrát vagy fenil-higany-acetát,
higany-diklorid vagy higany-di(acetát).

- 2.7. Készgyártmány szilikagél lapok (pl. Merck 5721 vagy azzal egyenértékű).
2.8. Nátrium-klorid.

3. Eszközök

- 3.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
3.2. Szokásos TLC berendezés.
3.3. Fázis-elválasztó szűrő.

4. Eljárás

- 4.1. Kivonás
4.1.1. Hígítsunk fel 1 g mintát egy centrifugacsőben 20 ml desztillált vízzel titrálva. Értjük el a legnagyobb diszpergálódást egy 60 °C-ra fel melegített vízfürdőben. Adjunk hozzá 4 g nátrium-kloridot (2.8.). Rázzuk össze. Hagyjuk lehűlni.
4.1.2. Centrifugáljuk legalább 20 percig 4500 fordulat/percen, a szilárd fázis nagy részének a leválasztása céljából. Szűrjük bele egy választótölcsérbe és adjunk hozzá 0,25 ml kénsav oldatot (2.1.).
4.1.3. Végezzünk néhány kivonást 2 vagy 3 ml ditizon oldattal (2.2.), amíg az utolsó szerves fázis zöld marad.
4.1.4. Szűrjük le az összes szerves fázist egymás után egy fázis-elválasztó szűrőn (3.3.) keresztül.
4.1.5. Pároljuk szárazra nitrogénáram alatt (2.3.).
4.1.6. Oldjuk fel 0,5 ml szén-tetrakloriddal (2.4.). Alkalmazzuk ezt az oldatot azonnal, a 4.2.1. pontban leírtaknak megfelelően.
4.2. Elválasztás és azonosítás
4.2.1. Tegyük 50 ÷l-t a 4.1.6. szerint kapott szén-tetrakloridos oldatból a szilikagél lapra (2.7.). Ezzel párhuzamosan kezeljük 10 ml standard oldatot is (2.6.) a 4.1. pont szerint és vigyünk fel 50 ÷l-t a 4.1.6. szerint kapott oldatból ugyanarra a lapra.
4.2.2. Tegyük a lapot az oldószerbe (2.5.) és hagyjuk, hogy ez utóbbi 150 mm magasra fusson. A szerves higanyvegyületek színes folt formájában jelennek meg, amelyek színe állandó, feltéve, hogy a lapot közvetlenül az oldószer elpárolgása után üveglappal lefedtük.

Példaként, a következő R_f értékeket lehet kapni:

	R _f	Szín
Thiomersal	0,33	Narancs
Etil-higany-klorid	0,29	Narancs
Metil-higany-klorid	0,29	Narancs
Fenil-higany és sói	0,21	Narancs
Higany-diklorid	0,10	Narancs
Higany-di(acetát)	0,10	Narancs
1,5-difenil-3-tiokarbazon	0,09	Rózsaszín

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS**1. Fogalommeghatározás**

Az ezzel a módszerrel meghatározott szerves higanyvegyület tartalmát a mintában lévő higany tömegszázalékában (m/m) fejezzük ki.

2. Alapelv

A módszer a jelen lévő teljes higany mennyiség mérésén alapszik. Ezért szükséges, hogy először megbizonyosodjunk arról, hogy nincs jelen szervetlen higany és arról, hogy azonosítottuk a mintában lévő szerves higany származékokat. Ásványosítás után a higanyt felszabadítjuk és lángmentes atomabszorpcióval mérjük.

3. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Tömény salétromsav, $d_4^{20} = 1,41$ g/ml.
- 3.2. Tömény kénsav, $d_4^{20} = 1,84$ g/ml.
- 3.3. Kétszer-desztillált (bidesztillált) víz.
- 3.4. Kálium-permanganát, 7%-os (m/v) oldat.
- 3.5. Hidroxil-ammónium-klorid, 1,5%-os (m/v) oldat.
- 3.6. Dikálium-peroxi-diszulfát, 5%-os (m/v) oldat.
- 3.7. Ón-diklorid, 10%-os (m/v) oldat.
- 3.8. Tömény sósav, $d_4^{20} = 1,18$ g/ml.
- 3.9. Palládium-dikloriddal impregnált üveggyapot, 1% (m/m).

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 4.2. Berendezés a higany lángmentes atomabszorpciós meghatározására (hideg gőz technika), beleértve a szükséges üvegeszközöket. A mérőcella úthossza legalább 100 mm legyen.

5. Eljárás

Tartsunk be minden szükséges óvintézkedést a higany nyomok elemzésénél.

- 5.1. Lebontás
 - 5.1.1. Pontosán mérjük be 150 mg mintát (m). Adjunk hozzá 10 ml salétromsavat (3.1.) és hagyjuk a feltáródást előrehaladni három órán keresztül 55 °C-os vízfürdőben, egy légmentesen lezárt lombikban, rendszeres időközönként rázzuk meg. Ezzel egy időben hajtsunk végre vakpróbát.
 - 5.1.2. Lehűlés után adjunk hozzá 10 ml kénsavat (3.2.) és tegyük vissza az 55 °C-os vízfürdőbe 30 percre.
 - 5.1.3. Tegyük a lombikot jégfürdőbe és óvatosan adjunk hozzá 20 ml vizet (3.3.).
 - 5.1.4. 2 ml-es adagokban adjunk hozzá 7%-os kálium-permanganát oldatot (3.4.), amíg az oldat színe megmarad. Tegyük vissza az 55 °C-os vízfürdőbe további 15 percre.
 - 5.1.5. Adjunk hozzá 4 ml dikálium-peroxi-diszulfát oldatot (3.6.). Tegyük vissza ismét az 55 °C-os vízfürdőbe további 30 percre.
 - 5.1.6. Hagyjuk lehűlni és vigyük át a lombik tartalmát egy 100 ml-es normál lombikba. Öblítsük át a lombikot 5 ml hidroxil-ammónium-kloriddal (3.5.) és azután öblítsük még ki 4-szer 10 ml vízzel (3.3.). Az oldatnak teljesen színtelenné kell válnia. Töltsük fel a jelig vízzel (3.3.).

5.2. Mennyiségi meghatározás

- 5.2.1. Tegyük a vizsgálati oldatból (5.1.6.) az üvegedénybe (4.2.) 10 ml-t a hideg- gőzös higany meghatározásához. Hígítsuk fel 100 ml vízzel (3.3.) és ezután adjunk hozzá 5 ml kénsavat (3.2.), illetve 5 ml ón-diklorid oldatot (3.7.). Keverjük össze minden hozzáadás után. Várjunk 30 másodpercet, hogy az összes ionos higany fém állapotúvá redukálódhasson és olvassuk le a kapott értéket. Legyen n a leolvasott érték.
- 5.2.2. Tegyük egy kevés palládium-dikloriddal impregnált üveggyapotot (3.9.) a higanyredukáló edény és a mérőcella (4.2.) közé. Ismételjük meg az 5.2.1. eljárást és jegyezzük fel a leolvasott értéket. Ha a leolvasott érték nem nulla, akkor az ásványosítás nem volt teljes, és az elemzést meg kell ismételni.

6. Számítás

Legyen:

m = a vizsgálati minta tömege (grammban),

n = a készülékről leolvasott higany mennyisége (i g-ban).

A higany mennyiségét a higany tömegszázalékában kifejezve a következő képlet segítségével számíthatjuk ki:

$$\% \text{ higany} = \frac{n}{m}$$

7. Megjegyzések

- 7.1. Az ásványosítás javításához szükséges lehet előzetesen hígított mintából kiindulni.
- 7.2. Ha feltételezhető, hogy az alapanyag higanyt abszorbeál, akkor a standard hozzáadások módszerével kell a mennyiségi meghatározást elvégezni.

8. Ismételhetőség¹

0,007%-os higany tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,00035%-ot.

X. ALKÁLI ÉS ALKÁLIFÖLD SZULFIDOK MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő szulfidok mennyiségi meghatározását írja le. Tiolok vagy más redukáló szerek (beleértve a szulfitokat) jelenléte nem zavaró.

2. Fogalommeghatározás

Az ezzel a módszerrel meghatározott szulfidtartalmat a kén tömegszázalékban fejezzük ki.

3. Alapelv

A közeg savasítása után a hidrogén-szulfidot nitrogénáramban elvezetjük és kadmium-szulfid formájában megkötjük. Az utóbbit leszűrjük és átöblítjük, majd jodometriásan mérjük.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

4. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. Tömény sósav, $d_4^{20} = 1,19$ g/ml.
- 4.2. Nátrium-tioszulfát, 0,1 N standard oldat.
- 4.3. Jód, 0,1 N standard oldat.
- 4.4. Dinátrium-szulfid.
- 4.5. Kadmium-di(acetát).
- 4.6. Tömény ammónia, $d_4^{20} = 0,90$ g/ml.
- 4.7. Kadmium-di(acetát) ammóniás oldata: oldjunk fel 10 g kadmium-di(acetátot) (4.5.) kb. 50 ml vízben. Adjunk hozzá ammóniát (4.6.) amíg a csapadék újra feloldódik (azaz kb. 20 ml-t). Töltsük fel a 100 ml-es jelig vízzel.
- 4.8. Nitrogén.
- 4.9. M ammónia oldat.

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Három 100 ml-es a szabványnak megfelelő csiszolatos gömblombik..
- 5.3. Két 150 ml-es csiszolt-üveg nyakú Erlenmeyer lombik, amely fel van szerelve egy bemerülő csövet és az elvezetendő gáz oldalsó kivezetésére szánt csövet tartalmazó eszközzel.
- 5.4. Egy hosszú szárú tölcsér.

6. Eljárás

- 6.1. A szulfidok elvezetése
 - 6.1.1. Vegyünk egy bontatlan csomagolású vizsgálati mintát. Pontosan mérjük be a mintából az Erlenmeyer lombikba (5.2.) legfeljebb 30 mg szulfidionnak megfelelő mennyiséget (m) (grammban kifejezve). Adjunk hozzá 60 ml vizet és két csepp habzágátló folyadékot.
 - 6.1.2. Vigyünk át 50 ml oldatot (4.7.) mindkét Erlenmeyer lombikba (5.3.).
 - 6.1.3. Szereljük fel egy csepegtető tölcsért, valamint szereljük fel a bemerülő csövet és a kivezető csövet az Erlenmeyer lombikra (5.2.). Csatlakoztassuk a kivezető csövet a PVC csővel sorba kötött lombikokra (5.3.).

Megjegyzés: Az elvezető készüléknek meg kell felelnie a következő szivárgásmentességi vizsgálatnak: a vizsgálati körülmények modellezéséhez helyettesítsük a vizsgálati terméket 10 ml szulfid oldattal (a 4.4.-ből készítve), amely „X mg” szulfidot tartalmaz (jodometriásan meghatározva). Legyen „Y” a szulfid milligrammjainak száma, amelyet ennek a műveletnek a végén kapunk. „X” és az „Y” mennyisége közötti különbség nem haladhatja meg a 3%-ot.
 - 6.1.4. Hajtsunk át 15 percen keresztül nitrogént (4.8.), két buborék/másodperc sebességgel az Erlenmeyer lombikban (5.2.) található levegő kihajtása céljából.
 - 6.1.5. Melegítsük fel a Erlenmeyer lombikot 85 ± 5 °C-ra.
 - 6.1.6. Állítsuk le a nitrogénáramot (4.8.) és adjunk hozzá cseppenként 40 ml sósavat (4.1.).
 - 6.1.7. Indítsuk el ismét a nitrogénáramot (4.8.), amikor már majdnem az összes sav lecsepegett úgy, hogy hagyjunk meg egy kevés folyadékot a hidrogén-szulfid elszivárgásának megakadályozása érdekében.
 - 6.1.8. Szüntessük meg a melegítést 30 perc után. Hagyjuk a lombikot (5.2.) lehűlni és folytassuk a nitrogén (4.8.) átáramoltatását legalább másfél óráig.

6.2. Titrálás

- 6.2.1. Szűrjük le a kadmium-szulfidot egy hosszú szárú szűrőn (5.4.).
- 6.2.2. Mossuk át az Erlenmeyer lombikokat (5.3.) először ammónia oldattal (4.9.) és öntsük a szűrőre. Ezután mossuk desztillált vízzel és használjuk fel a vizet a szűrőn maradt csapadék mosására.
- 6.2.3. Fejezzük be a csapadék mosását 100 ml vízzel.
- 6.2.4. Tegyük a szűrőpapírt az első Erlenmeyer lombikba, amelyik a csapadékot tartalmazta. Adjunk hozzá 25 ml (n_1) jóddoldatot (4.3.), kb. 20 ml sósavat (4.1.) és 50 ml desztillált vizet.
- 6.2.5. Határozzuk meg a jódfelesleget nátrium-tioszulfát oldattal (n_2) (4.2.).

7. Számítás

A minta szulfidtartalma a kén tömegszázalékában kifejezve a következő képlet segítségével számítható ki:

$$\% \text{ kén} = \frac{32(n_1 x_1 - n_2 x_2)}{20 m}$$

ahol:

n_1 = a felhasznált standard jóddoldat (4.3.) mennyisége (milliliterben),

x_1 = ennek az oldatnak a molaritása,

n_2 = a felhasznált standard nátrium-tioszulfát oldat (4.2.) száma (milliliterben),

x_2 = ennek az oldatnak a molaritása,

m = a vizsgálati minta tömege (grammban).

8. Ismételhetőség¹

2%-os (m/m) szulfidtartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,2%-ot (m/m).

(A 83/514/EGK irányelv alapján)

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

4. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A kozmetikai termékekben lévő 1-glicerín-(4-amino)-benzoát azonosítására és mennyiségi meghatározására, a klórbutanol mennyiségi meghatározására, a kinin azonosítására és mennyiségi meghatározására, a szervesetlen szulfidok és higrogénszulfidok azonosítására és mennyiségi meghatározására, az alkálifémek klorátjainak azonosítására és mennyiségi meghatározására, valamint a nátrium-jodát azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszerek

I. AZ 1-GLICERIN-(4-AMINO)-BENZOÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA**A. AZONOSÍTÁS****1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer kimutatja a monogliceril-(4-amino)-benzoátot vagy (1-glicerín-(4-amino)-benzoátot). Szintén kimutatja az etil-(4-amino)-benzoátot (benzokain, INN), amely szennyeződésként lehet jelen.

2. Alapelv

Ez az azonosítás vékonyréteg kromatográfiával szilikagélén fluoreszcens indikátorral és a szabad primer amin-csoport által, a lapon képzett diazo festék kimutatásával történik.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Oldószerkeverék: ciklohexán/ izopropanol/ stabilizált diklór-metán 48/64/9 (v/v/v).
- 3.2. Futtatóoldat: petroléter (40-60)/ benzol/ aceton/ ammónium-hidroxid oldat (minimum 25% NH₃): 35/35/35/1 (v/v/v/v).
- 3.3. Előhívó oldat: a) nátrium-nitrit: 1 g 100 ml 1 M sósavban (közvetlenül a felhasználás előtt készítjük el);
b) 2-naftol: 0,2 g 100 ml 1 M kálium-hidroxidban.
- 3.4. Standard oldatok:
alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát: 0,05 g 100 ml 3.1. szerinti oldószerkeverékben;
etil-(4-amino)-benzoát: 0,05 g 100 ml 3.1. szerinti oldószerkeverékben;
- 3.5. Szilikagél 60 F254 lapok, 0,25 mm vastag, 200 mm × 200mm.

4. Eszközök

- 4.1. Általános vékonyréteg kromatográfia eszközei.
- 4.2. Ultrahangos készülék.
- 4.3. Millipore szűrő FH 0,5 µm vagy azzal megegyező.

5. Eljárás**5.1. Mintaelőkészítés**

Mérjünk be a vizsgálati mintából 1,5 g-ot egy 10 ml-es, dugóval ellátott mérőlombikba. Töltsük fel a jelig a 3.1. oldószerrel. Zárjuk le a dugóval és hagyjuk egy órára az ultrahangos készülékben (4.2.). Szűrjük át egy Millipore szűrőn (4.3.) és a szűrleten végezzük el a kromatográfiát.

5.2. Vékonyréteg kromatográfia

Vigyük fel a mintaoldatból (5.1.) és minden standard oldatból (3.4.) 10-10 µl-t a lapra (3.5.).

Futtassuk a kromatogramot 150 mm-es magasságig egy olyan futtatókádban, amelyet előzőleg a 3.2. oldószerrel telítettünk. Hagyjuk a lemezt a szobahőmérsékleten megszáradni.

5.3. Előhívás

5.3.1. Figyeljük meg a lemezt 254 nm-es UV fényben.

5.3.2. A teljesen megszáritott lemezt permetezzük be a 3.3. a) oldattal.

Hagyjuk szobahőmérsékleten 1 percre száradni és azonnal permetezzük be a 3.3. b) oldattal.

Szárítsuk a lemezt 60 °C-os kemencében. A foltok narancs színben tűnnek elő, a következő R_f -kel: alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát: R_f 0,07; etil-(4-amino)-benzoát: R_f 0,55.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer az alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoátot határozza meg. Szintén meghatározza az etil-(4-amino)-benzoátot. Nem alkalmas 5% (m/m) feletti alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát, illetve 1% (m/m) feletti etil-(4-amino)-benzoát meghatározására.

2. Fogalommeghatározás

Az ezzel a módszerrel meghatározott alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoátot és etil-(4-amino)-benzoátot a termék tömegszázalékában (% m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

A vizsgálati terméket metanolban szuszpendáljuk, majd a minta megfelelő kezelését követően nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg.

4. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak, továbbá ahol szükséges, HPLC-minőségűnek kell lennie

4.1. Metanol.

4.2. Kálium-dihidrogén-ortofoszfát (KH_2PO_4).

4.3. Cink-di(acetát) ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

4.4. Ecetsav ($d_{20}^{20} = 1,05$).

4.5. Tetrakálium-hexaciano-ferrát, ($\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$).

4.6. Etil-4-hidroxi-benzoát.

4.7. Alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát.

4.8. Etil-(4-amino)-benzoát.

4.9. Foszfát puffer oldat (0,02 M): oldjunk fel 2,72 g kálium-dihidrogén-ortofoszfátot (4.2.) egy liter vízben.

4.10. Oldószer: foszfát puffer oldat (4.9.)/ metanol (4.1.) 61/39 (v/v).

A mozgó fázis összetétele változtatható, annak érdekében, hogy az oszlop felbontása $R = 1,5$ legyen.

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

ahol:

R_1 és R_2 = a két csúcshoz tartozó retenciós idő, percben,

W_1 és W_2 = a csúcsoknak magasság felénél mért szélessége, milliméterben,

d' = a papíradagolás-sebessége, milliméter/percben.

- 4.11. Alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát törzsoldat: pontosan mérjünk be kb. 40 mg alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoátot és tegyük be egy 100 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel 40 ml metanolban (4.1.). Töltsük fel a jelig a puffer oldattal (4.9.) és keverjük össze.
- 4.12. Etil-(4-amino)-benzoát törzsoldat: pontosan mérjünk be kb. 40 mg etil-(4-amino)-benzoátot és tegyük be egy 100 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel 40 ml metanolban (4.1.). Töltsük fel a jelig a puffer oldattal (4.9.) és keverjük össze.
- 4.13. Belső standard oldat: pontosan mérjünk be kb. 50 mg etil-4-hidroxibenzoátot (4.6.) és tegyük be egy 100 ml-es közönséges lombikba, oldjuk fel 40 ml metanolban (4.1.), töltsük fel a jelig a puffer oldattal (4.9.) és keverjük össze.
- 4.14. Standard oldatok: készítsünk négy standard oldatot 100 ml oldószerben (4.10.) való feloldással, a következő táblázat szerint:

Standard oldat	Alfa-monogliceril- 4-amino)-benzoát		Etil-(4-amino)- benzoát		Etil-4- hidroxibenzoát	
	($\hat{\text{g}}$ / ml)*	ml (4.11.)	($\hat{\text{g}}$ / ml)	ml (4.12.)	($\hat{\text{g}}$ / ml)	ml (4.13.)
I	8	2	8	2	50	10
II	16	4	12	3	50	10
III	24	6	16	4	50	10
IV	40	10	20	5	50	10

* Ezek az értékek jelzésül szolgálnak és a 4.11., 4.12. és 4.13. szerinti pontos tömegekre vonatkoznak.

Megjegyzés: Ezeket az oldatokat más módon is el lehet készíteni.

- 4.15. Carrez I oldat: oldjunk fel 26,5 g tetrakálium-hexaciano-ferrátot (4.5.) vízben és töltsük fel 250 ml-re.
- 4.16. Carrez II oldat: oldjunk fel 54,9 g cink-di(acetátot) (4.3.) és 7,5 ml ecetsavat (4.4.) vízben és töltsük fel 250 ml-re.
- 4.17. Merck Lichrosorb RP-18, vagy annak megfelelő, 5 μ m átlagos részecskemérettel.

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Nagynyomású kromatográfiás berendezés változtatható hullámhosszú UV detektorral és hőszabályozós kamrakészlettel, 45 °C-ra beállítva.
- 5.3. Rozsdamentes acél oszlop: hossz: 250 mm; belső átmérő: 4,6 mm; töltet: Lichosorb RP – 18 (4.17.).
- 5.4. Ultrahangos fürdő.

6. Eljárás

- 6.1. Mintaelőkészítés
- 6.1.1. Pontosán mérjünk be kb. 1 g mintát egy 100 ml-es főzőpohárba és adjunk hozzá 10 ml metanolt (4.1.).
- 6.1.2. Tegyük a főzőpoharat az ultrahangos fürdőbe (5.4.) 20 percre szuszpenzió elkészítése céljából. Tegyük át az így kapott szuszpenziót veszteségmentesen egy 100 ml-es mérőlombikba nem több mint 75 ml oldószerrel (4.10.).

Adjunk hozzá egymás után 1 ml Carrez I oldatot (4.15.) és 1 ml Carrez II oldatot (4.16.) és minden hozzáadás után keverjük össze. Töltsük fel jelig az oldószerrel (4.10.), keverjük újra össze és szűrjük át egy redős szűrőpapíron.

- 6.1.3. Pipettával tegyünk 3,0 ml-t a szűrletből, amelyet a 6.1.2. szerint kaptunk és 5,0 ml-t a belső standard oldatból (4.13.) egy 50 ml-es mérő lombikba és keverjük össze. Majd töltsük fel jelig az oldószerrel (4.10.). Használjuk az így kapott oldatot a 6.2.-ben leírt kromatográfia elvégzéséhez.

6.2. Kromatográfia

- 6.2.1. Állítsuk be a mozgó fázis (4.10.) áramlás sebességét 1,2 ml/percre és állítsuk az oszlop hőmérsékletét 45 °C-ra.

- 6.2.2. Állítsuk be a detektort (5.2.) 274 nm-re.

- 6.2.3. fecskendezzünk be egy mikrofecskendővel 20 µl-t a (6.1.3.) szerinti oldatból a kromatográfba és mérjük le a csúcsok alatti területet. Legalább kétszer ismételjük meg a mérést.

6.3. Kalibrációs görbe

- 6.3.1. Fecskendezzünk be 20-20 µl-t minden egyes standard oldatból (4.14.) és mérjük meg a csúcsok alatti területet.

- 6.3.2. Minden koncentrációhoz számítsuk ki az alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát csúcs alatti területe és a belső standard csúcs alatti területe közötti arányt. Ábrázoljuk ezt az arányt az abszcisszán, míg az ordinátán a kapcsolódó tömegeket tüntessük fel.

- 6.3.3. Járjunk el hasonló módon az etil-4-hidroxibenzoát esetében is.

7. Számolás

- 7.1. Olvassuk le a tömegarányokat (RP1, RP2) a 6.3. szerint kapott kalibrációs görbéről, amelyek a 6.2.3. szerint számított csúcs alatti területek közötti arányoknak felelnek meg, ahol:

RP1 = az alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát tömege/ az etil-4-hidroxibenzoát tömege,

RP2 = az etil-(4-amino)-benzoát tömege/ az etil-4-hidroxibenzoát tömege.

- 7.2. Az így kapott tömegarányokból számítsuk ki az alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát és az etil-(4-amino)-benzoát tartalmat, mint tömegszázalékot (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$R_p\% \text{ (m/m) alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoát} = RP1 \times \frac{q}{6p}$$

$$R_p\% \text{ (m/m) etil-(4-amino)-benzoát} = RP2 \times \frac{q}{6p}$$

q = az etil-4-hidroxibenzoát (belső standard) bemért mennyisége, milligrammban, a 4.12. szerint,

p = az minta bemért mennyisége, grammal, a 6.1.1. szerint.

8. Megismételhetőség¹

- 8.1. 5%-os (m/m) alfa-monogliceril-(4-amino)-benzoáttartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,25%-ot.

- 8.2. 1%-os (m/m) etil-(4-amino)-benzoáttartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,10%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

9. Megjegyzések

- 9.1. A vizsgálat végrehajtása előtt ellenőrizzük, hogy a minta tartalmaz-e olyan anyagokat, amelyek a kromatogramon fedésben vannak a belső standard (etil-(4-amino)-benzoát) csúcsával.
- 9.2. Annak ellenőrzésére, hogy esetleges zavaró hatás nem áll-e fenn ismétljük meg a meghatározást a metanol mozgó fázisbeli arányának 10%-os megváltoztatásával.

II. KLÓRBUTANOL MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer az aeroszokok kivételével bármely kozmetikai termékben jelen lévő klórbutanol (INN) meghatározására alkalmazható, legfeljebb 0,5%-os koncentráció esetén.

2. Fogalommeghatározás

Az ezzel a módszerrel meghatározott klórbutanol tartalmat a termék tömegszázalékában (% m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

A vizsgálati termék megfelelő kezelése után a meghatározást gázkromatográfiával végezzük 2,2,2-triklór-etanol belső standard mellett.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 4.1. Klórbutanol (1,1,1-triklór-2-metil-propán-2-ol).
- 4.2. 2,2,2-triklór-etanol.
- 4.3. Abszolút etanol.
- 4.4. Klórbutanol belső standard oldat: 0,025 g 100 ml etanolban (4.3.) (m/v).
- 4.5. 2,2,2-triklór-etanol standard oldat: 4 mg 100 ml etanolban (4.3.) (m/v).

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Gázkromatográf, elektron befogásos detektorral felszerelve, Ni 63.

6. Eljárás**6.1. Mintaelőkészítés**

Pontosan mérjük be egy 0,1 és 0,3 g közötti mennyiséget a mintából. Tegyük egy 100 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel etanolban (4.3.), adjunk hozzá 1 ml-t a belső standard oldatból (4.5.) és töltsük fel a jelleg etanollal (4.3.)

6.2. Gázkromatográfiás körülmények

- 6.2.1. A működési körülményeknek $R = 1,5$ felbontást kell eredményezniük.

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

ahol:

R_1 és R_2 = a csúcsokhoz tartozó retenciós idők, percben,

W_1 és W_2 = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége, (milliméterben),

d' = a papíradagolás sebessége, milliméter/percben.

6.2.2. Példaként, a következő működési körülmények biztosítják a kívánt felbontást:

Oszlop	I.	II.
Alapanyag	Üveg	Rozsdamentes acél
Hossz	1,80 m	3 m
Átmérő	3 mm	3 mm
Álló fázis	10% Carbowax 20 M TPA, 80-100-as mesh Gaschrom Q-n	5% OV 17 80-100-as mesh WAW DMCS-en
Kondicionálás	2-3 nap 190 °C-on	
Hőmérsékletek:		
– fecskendő	200 °C	150 °C
– oszlop	150 °C	100 °C
– detektor	200 °C	150 °C
Vivőgáz	Nitrogén	Argon/metán (95/5 v/v)
Ára mlási sebesség	35 ml/perc	35 ml/perc

6.3. Standard görbe

Öt 100 ml-es mérőlombikba tegyünk 1 ml standard oldatot (4.5.) és rendre 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 és 0,6 ml 4.4. szerinti oldatot, és töltsük fel a jelig etanollal (4.3.) majd keverjük össze. Fecskendezzünk be 1 ñl-t ezeknek az oldatoknak mindegyikéből a kromatográfba a 6.2.2. pont szerint leírt működési körülményeknek megfelelően és szerkesszük meg a kalibrációs görbét úgy, hogy a klórbutanol tömege és a 2,2,2-triklór-etanol tömege közötti arányt az abszcisszán, míg az a megfelelő csúcs alatti területeket az ordinátán tüntetjük fel.

6.4. Fecskendezzünk be 1 ñl-t a 6.1. szerint kapott oldatból és járjunk el a 6.2.2.-ben leírtaknak megfelelően.

7. Számolás

7.1. Számítsuk ki az „a” mennyiséget a standard görbe (6.3.) alapján a 6.1. oldatban, a klórbutanol ñ g-jaiban kifejezve.

7.2. A minta klórbutanol tartalmát a következő képlet szerint számíthatjuk ki:

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

ahol: p = 6.1.1. pont szerinti bemérés g-ban

8. Megismételhetőség¹

0,5%-os (m/m) klórbutanol-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,01%-ot.

Megjegyzés

Ha az eredmény eléri vagy meghaladja a megengedett legnagyobb koncentrációt, akkor ellenőrizni kell, az esetleges zavaró hatásokat.

III. KININ AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kinin samponokban és hajszeszekben való jelenlétének kimutatására szolgál.

2. Alapelv

Az azonosítás vékonyréteg kromatográfiával szilikagélen történik. A kimutatást a kinin savas körülmények között adott kék fluoreszcenciája által végezzük 360 nm-en.

További bizonyításképpen a fluoreszcenciát meg lehet szüntetni bró mgőzzel, és ammóniagőz segítségével sárgás fluoreszcencia megjelenését előidézni.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Szilikagél lapok, fluoreszcens indikátor nélkül, 0,25 mm vastag, 200 mm x 200 mm.

3.2. Futtató oldat: toluol/ dietil-éter/ diklór-metán/ dietil-amin/ 20/20/20/8 (v/v/v/v).

3.3. Metanol.

3.4. Kénsav (96% ; $d_{\frac{20}{4}} = 1,84$).

3.5. Dietil-éter.

3.6. Előhívószer: óvatosan adjunk 5 ml kénsavat (3.4.) 95 ml dietil-éterhez (3.5.) egy hűtött tartályban.

3.7. Bróm.

3.8. Ammónium-hidroxid oldat (28% ; $d_{\frac{20}{4}} = 0,90$).

3.9. Vízmentes kinin.

3.10. Standard oldat: pontosan mérjünk be kb. 100,0 mg vízmentes kinint (3.9.) egy közönséges lombikba és oldjuk fel 100 ml metanolban (3.3.).

4. Eszközök

4.1. Általános vékonyréteg kromatográfiás felszerelés.

4.2. Ultrahangos fürdő.

4.3. Millipore szűrő FH 0,5 μ m vagy azzal megegyező, megfelelő szűrőberendezéssel.

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

Pontosan mérjünk be a mintából akkora mennyiséget, amely kb. 100 mg kinint tartalmaz egy 100 ml-es mérőlombikba, oldjuk fel és töltjük fel a jelleg metanollal (3.3.).

Zárjuk le a lombikot dugóval és hagyjuk egy órára szobahőmérsékleten az ultrahangos készülékben (4.2.). Szűrjük le (4.3.) és a szűrletből végezzük el a kromatográfiá meghatározást.

5.2. Vékonyréteg kromatográfia

Csepptsünk fel 1,0 μ l-t a standard oldatból (3.10.) és 1,0 μ l-t a mintaoldatból (5.1.) a szilikagél lapra (3.1.). Futtassuk fel a kromatogramot 150 mm-es távolságra futtató kádban, amelyet előzőleg a 3.2. oldószerrel telítettünk.

5.3. Előhívás

5.3.1. Szárítsuk meg a lapot szobahőmérsékleten.

5.3.2. Permetezzük be a 3.6. reagenssel.

5.3.3. Hagyjuk a lapot száradni egy órán keresztül szobahőmérsékleten.

5.3.4. Figyeljük meg a lapot 360 nm-es UV lámpa fényében. A kinin élénk, kék fluoreszcens folt formájában jelenik meg.

Példaként az alábbi táblázat megadja a fő alkaloidák a kininhez viszonyítva R_F értékeit a 3.2. oldószerrel való előhívás esetén:

Alkaloida	R_F
Kinin	0,20
Kinidin	0,29
Cinkonin	0,33
Cinkonidin	0,27
Hidrokinidin	0,17

5.3.5. A kinin jelenlétének további igazolása céljából a lapot kb. egy órán keresztül bró mgőz hatásának tesszük ki (3.7.). A fluoreszcencia eltűnik. Ha ugyanezt a lapot ammóniagőz (3.8.) alá helyezzük, akkor a foltok ismét megjelennek barna színnel és a lap ismételt 360 nm-es UV fény alatti megfigyelése esetén sárgás fluoreszcencia tapasztalható. Érzékelési határérték: 0,1 ì g kinin.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer a kinin meghatározását írja le. Alkalmas a samponokban megengedett 0,5% (m/m) és a hajszeszekben megengedett 0,2% (m/m) legnagyobb koncentráció meghatározására.

2. Fogalommeghatározás

Az ezzel a módszerrel meghatározott kinint a termék tömegszázalékában (% m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

A vizsgálandó termék megfelelő kezelését követően a meghatározást nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) végezzük.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak és emellett alkalmasnak kell lennie folyadékkromatográfiára is.

4.1. Acetonitril.

4.2. Kálium-dihidrogén-ortofoszfát (KH_2PO_4).

4.3. Ortofoszforsav (85% ; $d_{\frac{20}{4}} = 1,7$).

4.4. Tetrametil-alumínium-bromid.

4.5. Vízmentes kinin.

- 4.6. Metanol.
- 4.7. Ortofoszforsav oldat (0,1 M): mérjük be 11,53 g ortofoszforsavat (4.3.) és oldjuk fel 1000 ml vízben egy mérőlombikban.
- 4.8. Kálium-dihidrogén-ortofoszfát oldat (0,1 M): mérjük be 13,6 g kálium-dihidrogén-ortofoszfátot (4.2.) és oldjuk fel 1000 ml vízben egy mérőlombikban.
- 4.9. Tetrametil-ammónium-bromid oldat: oldjunk fel 15,40 g tetrametil-ammónium-bromidot (4.4.) 1000 ml vízben egy mérőlombikban.
- 4.10. Oldószer: ortofoszforsav (4.7.) / kálium-dihidrogén-foszfát (4.8.) / tetrametil-ammónium-bromid (4.9.) / víz / acetonitril (4.1.) 10/50/100/340/90 (v/v/v/v/v).
- A mozgó fázis összetétele változtatható, olyan módon, hogy az oszlop felbontása R 1,5-t eredményezzen.

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

ahol:

R₁ és R₂ = a csúcsokhoz tartozó retenciós idők, percben,

W₁ és W₂ = a csúcsoknak a magasság felénél mért szélessége, milliméterben,

d' = a papíradagolás-sebessége, milliméter/percben.

- 4.11. Oktadecil-szilánnal kezelt szilikagél, 10 µm szemcse nagyság
- 4.12. Standard oldatok: mérjük be egymást után pontosan kb. 5,0, 10,0, 15,0 és 20,0 mg vízmentes kinint (4.5.) egy sorozat 100 ml-es mérő lombikba. Töltsük fel a jelig metanollal (4.6.) és rázzuk a lombikok tartalmát addig, amíg a kinin fel nem oldódik. Szűrjük át mindegyik mintát 0,5 µm-es szűrőn.

5. Eszközök

- 5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 5.2. Ultrahangos fürdő.
- 5.3. Nagynyomású kromatográfiás berendezés változtatható hullámhosszú detektorral.
- 5.4. Oszlop: hossz: 250 mm ; belső átmérő: 4,6 mm ; töltet: szilika (4.11.).
- 5.5. Millipore szűrő FH 0,5 µm, vagy azzal megegyező, megfelelő szűrőberendezéssel.

6. Eljárás

- 6.1. Mintaelőkészítés
- Pontosan mérjük be egy 100 ml-es lombikba megfelelő mennyiséget a mintából, amely 10,0 mg vízmentes kinint tartalmaz és adjunk hozzá 20 ml metanolt (4.6.), majd tegyük a lombikot az ultrahangos fürdőbe (5.2.) 20 percre. Töltsük fel jelig metanollal (4.6.). Keverjük össze az oldatot és szűrjük le egy részletét (5.5.).
- 6.2. Kromatográfia
- Áramlási sebesség: 1,0 ml/perc.
- Detektor hullámhossz (5.3.): 332 nm.
- Befecskendezési térfogat: 10 µl szűrt oldat (6.1.)
- Mérés: csúcs alatti terület.
- 6.3. Kalibrációs görbe
- Fecskendezzünk be legalább háromszor egymás után 10,0 µl-t minden egyes referencia oldatból (4.12.), mérjük meg a csúcs alatti területeket és számítsuk ki az átlagos területet minden egyes koncentráció esetében.
- Készítsük el a kalibrációs görbét és ellenőrizzük a linearitást.

7. Számolás

- 7.1. Határozzuk meg a vízmentes kinin mennyiségét μg -ban, a befecskendezett térfogatra vonatkoztatva (6.2.) a kalibrációs görbe alapján (6.3.).
- 7.2. A vízmentes kinin tömegszázalékban (% m/m) kifejezett koncentrációja a mintában a következő képlet segítségével számítható ki:

$$\% \text{ (m/m) vízmentes kinin} = \frac{B}{A},$$

ahol

B a vízmentes kinin mennyisége, μg -ban, amit 10 mikroliter leszűrt oldat tartalmaz (6.1.).

A a minta tömege, grammal (6.1.).

8. Megismételhetőség¹

0,5%-os (m/m) vízmentes kinintartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,02%-ot.

0,2%-os (m/m) vízmentes kinintartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,01%-ot.

IV. SZERVETLEN SZULFITOK ÉS HIDROGÉN-SZULFITOK AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kozmetikai termékekben található szervetlen szulfidok és hidrogén-szulfidok azonosítását és meghatározását írja le. Ez a módszer csak olyan termékek esetében alkalmazható, amelyekben van vizes vagy alkoholos fázis és amelyekben a kén-dioxid koncentrációja nem haladja meg a 0,2%-ot.

A. AZONOSÍTÁS

1. Alapelv

A mintát sósavban melegítjük és a felszabaduló kén-dioxidot a szaga, vagy az indikátorpapíron jelentkező hatása alapján azonosítjuk.

2. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

2.1. Sósav (4 M).

2.2. Kálium-jodát keményítős papír vagy annak megfelelő más megoldás.

3. Eszközök

3.1. Általános vékonyréteg kromatográfiás felszerelés.

3.2. Lombik (25 ml) rövid visszafolyós hűtővel felszerelve.

4. Eljárás

4.1. Tegyük kb. 2,5 g mintát a lombikba (3.2.) 10 ml sósavval (2.1.).

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

- 4.2. Keverjük össze és forraljuk fel.
- 4.3. Vizsgáljuk meg a kén-dioxid kibocsátását szag alapján vagy indikátorpapír segítségével (2.2.).

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. Fogalommeghatározás

A mintának ezzel a módszerrel meghatározott szulfit vagy hidrogén-szulfit tartalmát a kén-dioxid tömegszázalékában fejezzük ki.

2. Alapelv

A minta savanyítása után a felszabaduló kén-dioxidot hidrogén-peroxid oldatba desztilláljuk. A képződő kénsavat hitelesített nátrium-hidroxid oldattal titráljuk.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Hidrogén-peroxid 0,2% (m/v). Naponta készítjük.
- 3.2. Ortofoszforsav ($d \frac{20}{4} = 1,75$).
- 3.3. Metanol.
- 3.4. Nátrium-hidroxid, (0,01 M) hitelesített oldat.
- 3.5. Nitrogén.
- 3.6. Indikátor: metilvörös (0,03%-os m/v etanolban) és metilénkék (0,05%-os m/v etanolban) 1: 1 arányú keveréke. Szűrjük le az oldatot.

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 4.2. Desztilláló felszerelés (lásd ábra).

5. Eljárás

- 5.1. Pontosan mérjük be kb. 2,5 g mintát az A desztilláló lombikba (lásd ábra).
- 5.2. Adjunk hozzá 60 ml vizet és 50 ml metanolt (3.3.), majd keverjük össze.
- 5.3. Tegyük 10 ml hidrogén peroxidot (3.1.), 60 ml vizet és egy pár csepp indikátort (3.6.) a desztilláló D gyűjtőedényébe (lásd ábra). Adjunk hozzá néhány csepp nátrium-hidroxidot (3.4.), amíg az indikátor zöld színűvé nem válik.
- 5.4. Ismételjük meg az 5.3.-t az E mosóüvegre (lásd ábra).
- 5.5. Szereljük össze a készüléket és állítsuk be a nitrogén (3.5.) ára mlási sebességét kb. 60 buborék/perc.
- 5.6. Eresszünk 15 ml ortofoszforsavat (3.2.) a tölcseből az A desztilláló lombikba.
- 5.7. Melegítsük fel gyorsan forrásig majd tartsuk enyhe forrásban 30 percig.
- 5.8. Válasszuk le a desztilláló D gyűjtőjét. Öblítsük át a csövet, majd titráljuk nátrium-hidroxid oldattal (3.4.), amíg az indikátor zöld színűvé nem válik (3.6.).

6. Számítás

Számítsuk ki a minta tömegszázalékos szulfit vagy hidrogén-szulfit tartalmát a következő képlet segítségével:

$$\% \text{ m/m kén-dioxid} = \frac{3,2 \text{ MV}}{m},$$

ahol:

M = a nátrium-hidroxid oldat (3.4.) moláris koncentrációja,

V = a nátrium-hidroxid oldat (3.4.) térfogata, amire a titrálás (5.8.) során szükség volt, milliliterben,

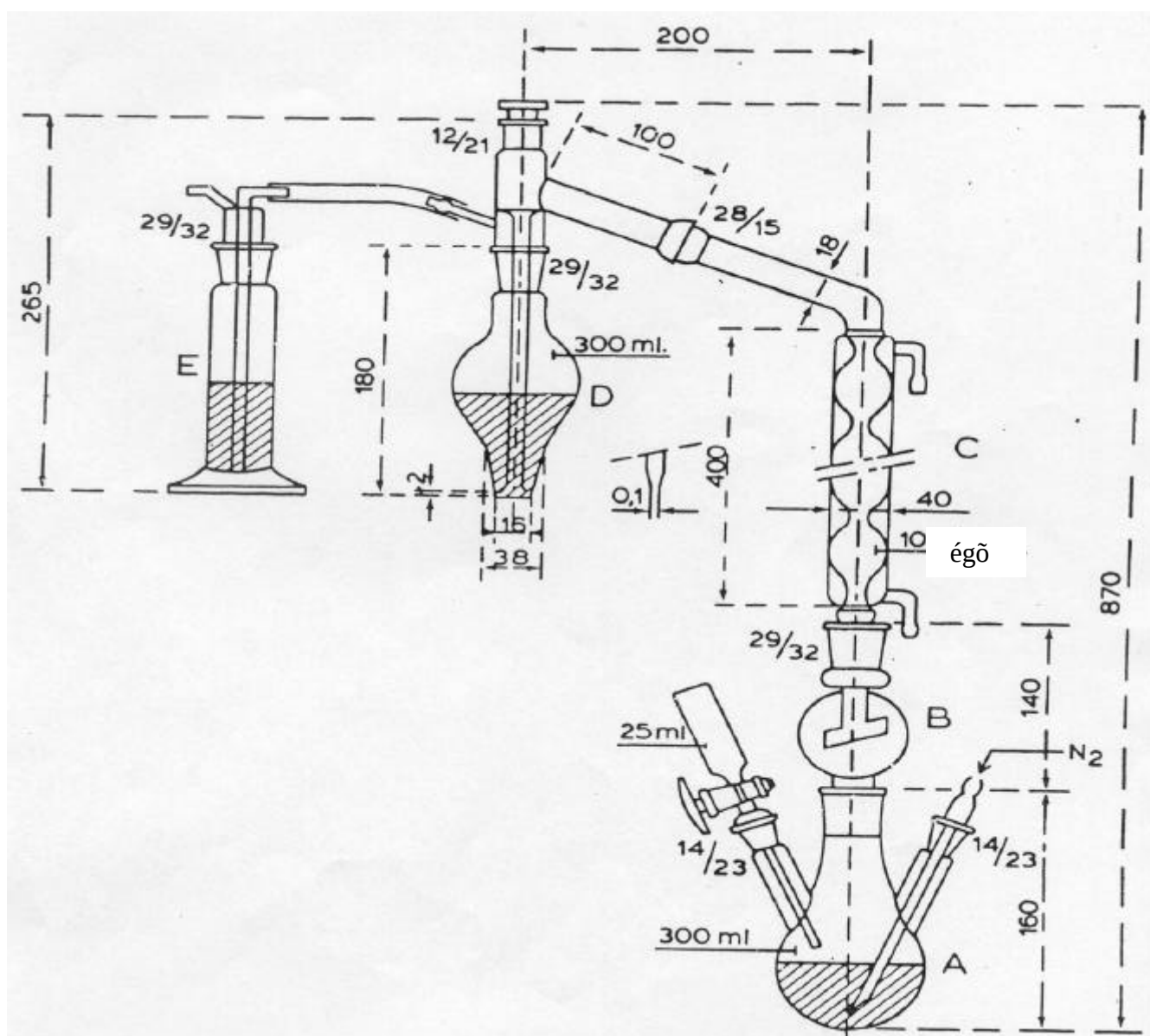
M = a minta (5.1.) tömege grammban.

7. Ismételhetőség¹

0,2%-os m/m kén-dioxid-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,006%-ot.

Tanner szerinti kén-dioxid desztilláló berendezés

Minden méret mm-ben van megadva



¹

ISO 5725 szabvány szerint.

V. AZ ALKÁLIFÉMEK KLORÁTJAINAK AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA**Cél és alkalmazási terület**

A módszer leírja a klorátok azonosítását és meghatározását fogkrémekben és más kozmetikai termékekben.

A. AZONOSÍTÁS**1. Alapelv**

A klorátokat vékonyréteg kromatográfiával elválasztjuk a többi halogenáttól, és a jodid jóddá oxidálásával azonosítjuk.

2. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 2.1. Referencia oldatok: frissen készített kálium-klorát, -bromát és -jodát vizes oldata (0,2% m/v).
- 2.2. Futtató oldat: ammónia oldat (28% m/v) aceton / butanol (60/130/30 v/v/v).
- 2.3. Kálium-jodid, vizes oldat (5% m/v).
- 2.4. Keményítõoldat (1-5%-os m/v).
- 2.5. Sósav (1 M).
- 2.6. Készgyártmány cellulóz vékonyréteg lapok (0,25 mm).

3. Eszközök

Általános vékonyréteg kromatográfiás felszerelés.

4. Eljárás

- 4.1. Vonjunk ki kb. 1 g-ot a mintából vízzel, szûrjük le és hígítsuk fel kb. 25 ml-re.
- 4.2. Vigyünk fel a lapra (2.6.) az oldatból (4.1.) 2 ÷l-t, a három referencia oldat (2.1.) mindegyikének 2 ÷l-es részleteivel együtt.
- 4.3. Tegyük a lapot futtatókádba és futtassuk a kromatogramot a lap (2.6.) hosszának kb. háromnegyedéig a 2.2. pont szerinti oldószerrel.
- 4.4. Vegyük ki a tartályból és hagyjuk, hogy az oldószer elpárologjon. (NB: Ez akár két órát is igénybe vehet.)
- 4.5. Permetezzük be a lapot kálium-jodiddal (2.3.) és hagyjuk száradni kb. 5 percig.
- 4.6. Permetezzük be a lapot keményítõ oldattal (2.4.) és hagyjuk száradni kb. 5 percig.
- 4.7. Permetezzük be a lapot sósavval (2.5.).

5. Értékelés

Ha a klorát van jelen, akkor egy kék folt (esetleg barna folt) jelenik meg fél óra múltán kb. 0,7-0,8 R_F értéknél.

Halogenátok	R_F
Jodát	0 – 0,2
Bromát	0,5 – 0,6
Klorát	0,7 – 0,8

Meg kell jegyezni, hogy a bromátok és a jodátok azonnali reakciót adnak. Vigyázni kell, hogy a bromátok és a jodátok foltjai ne keveredjenek össze.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. Fogalommeghatározás

A minta ezzel a módszerrel meghatározott klorát tartalmát a klorát tömegszázalékában fejezzük ki.

2. Alapelv

A klorátot savas körülmények között cinkporral redukáljuk. A képződő kloridot potenciometriás titrálással mérjük ezüst-nitrát oldat segítségével. Redukció előtt a halogenátok esetleges jelenlétét egy hasonló meghatározás lehetővé teszi.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Ecetsav, 80% (m/m).
- 3.2. Cinkpor.
- 3.3. Ezüst-nitrát standard oldat (0,1 M).

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.
- 4.2. Potenciométer ezüst jelzésére alkalmas elektróddal felszerelve.

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

Pontosan mérjük be kb. 2 g tömegű „m” mennyiséget egy centrifugacsőbe. Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (3.1.) és alaposan keverjük össze. Várjunk 30 percet és centrifugáljuk 15 percig 2000 fordulat/perc sebességgel. Tegyük át a felülúszó folyadékot egy 50 ml-es mérőlombikba. Ismételjük meg a centrifugálást kétszer, a maradékhoz 15 ml ecetsav hozzáadásával (3.1.). Gyűjtsük össze a klorátot tartalmazó oldatokat ugyanabba a mérőlombikba és töltsük fel a jelig ecetsavval (3.1.).

5.2. A klorát redukciója

Vegyünk 20 ml-t az 5.1. szerinti oldatból és adjunk hozzá 0,6 g cinkport (3.2.). Forraljuk fel egy visszafolyós hűtővel felszerelt lombikban. 30 perc forralás után hűtsük le és szűrjük le. Öblítsük át a lombikot vízzel. Szűrjük le és egyesítsük a szűrletet az kiöblítettel.

5.3. A klorid mennyiségi meghatározása

Titrláljunk meg 20 ml 5.2. oldatot ezüst-nitráttal (3.3.) potenciométer alkalmazása mellett (4.2.). Hasonló módon titrláljunk meg 20 ml 5.1. oldatot ezüst-nitráttal (3.3.).

Megjegyzés: Ha a termék bróm vagy jódszármazékokat tartalmaz, amelyekből bromid, illetve jodid szabadulhat fel a redukció után, akkor a titrálási görbe több inflexiós pontot fog tartalmazni. Ebben az esetben a titrláló oldat (3.3.) térfogatát, ami a kloridnak felel meg, az utolsó és az utolsó előtti inflexiós pont közötti különbség adja.

6. Számítás

A minta tömegszázalékos (% m/m) klorát tartalmát a következő képlet segítségével számíthatjuk ki:

$$\text{Klorát (ClO}_3^-)\% \text{m/m} = \frac{20,9(V - V')M}{m},$$

ahol:

V = az 5.2. szerinti oldat titrálásához felhasznált ezüst-nitrát oldat (3.3.) térfogata milliliterben,

V' = az 5.1. szerinti oldat 20 ml-ének titrálásához felhasznált ezüst-nitrát oldat (3.3.) térfogata milliliterben,

M = az ezüst-nitrát oldat (3.3.) molaritása,

m = a minta tömege grammban.

7. Ismételhetőség¹

3-5%-os m/m kloráttartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,07%-ot m/m.

VI. NÁTRIUM-JODÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer nátrium-jodátot tartalmazó kozmetikai termékek lemosóinak azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó eljárást írja le.

A. AZONOSÍTÁS

1. Alapelv

A nátrium-jodátot elválasztjuk a többi halogenáttól vékonyréteg kromatográfiával, és a jodid jóddá oxidálásával azonosítjuk.

2. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 2.1. Referencia oldatok: frissen készített kálium-klorát, -bromát és -jodát vizes oldata (0,01% m/V).
- 2.2. Előhívó oldat: ammónia oldat (28% m/v)/ aceton/ butanol (60/130/30 v/v/v).
- 2.3. Kálium-jodid, vizes oldat (5% m/v).
- 2.4. Keményítőoldat (1-5%-os m/v).
- 2.5. Sósav (1 M).

3. Eszközök

- 3.1. Készgyártmány cellulóz vékonyréteg lapok (0,25 mm).
- 3.2. Általános vékonyréteg kromatográfiás felszerelés.

4. Eljárás

- 4.1. Vonjunk ki kb. 1 g-ot a mintából vízzel, szűrjük le és hígítsuk fel kb. 10 ml-re.
- 4.2. Vigyünk fel a mintából 2 ÷l-t a lap alapvonalára (3.1.), a három referencia oldat (2.1.) mindegyikének 2 ÷l-es részleteivel együtt.
- 4.3. Tegyük a lapot futtató kádba és futtassuk fel a kromatogramot a lap (2.6.) hosszának kb. háromnegyedéig a (2.2.) szerinti oldószerrel.
- 4.4. A lap kivétele után hagyjuk, hogy az oldószer szobahőmérsékleten elpárologjon. (Megjegyzés: Ez akár két órát is igénybe vehet.)

¹

ISO 5725 szabvány szerint.

- 4.5. Permetezzük be a lapot kálium-jodiddal (2.3.) és hagyjuk száradni kb. 5 percig.
- 4.6. Permetezzük be a lapot keményítő oldattal (2.4.) és hagyjuk száradni kb. 5 percig.
- 4.7. Végül permetezzük be a lapot sósavval (2.5.).

5. Értékelés

Ha a jodát jelen van, akkor egy kék folt (esetleg barna vagy állás közben megbarnuló folt) jelenik meg azonnal kb. 0-0,2 R_F értéknél.

Meg kell jegyezni, hogy a bromátok azonnali reakciót adnak kb. 0,5-0,6 R_F értéknél, és a klorátok kb. 30 perc múltán ugyancsak adnak reakciót 0,7-0,8 R_F értéknél.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. Fogalommeghatározás

Az ezzel a módszerrel meghatározott nátrium-jodát tartalmat a nátrium-jodát tömegszázalékában fejezzük ki.

2. Alapelv

A nátrium-jodátot vízben feloldjuk és nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg, egy C18 oszlop és egy anioncserélő oszlop alkalmazásával.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak és nagynyomású folyadék-kromatográfiára alkalmasnak kell lennie.

- 3.1. Sósav (4 M).
- 3.2. Nátrium-szulfid vizes, 5% m/v.
- 3.3. Nátrium-jodát törzsoldat.
Készítsünk törzsoldatot, amely 50 mg nátrium-jodátot tartalmaz 100 ml vízben.
- 3.4. Kálium-dihidrogén-ortofoszfát.
- 3.5. Dinátrium-hidrogén-ortofoszfát $2H_2O$.
- 3.6. Nagynyomású folyadék-kromatográfia mozgó fázisa: oldjunk fel 3,88 g kálium-dihidrogén-ortofoszfátot (3.4.) és 1,19 g dinátrium-hidrogén-ortofoszfátot $2H_2O$ -t (3.5.) 1 liter vízben. A kapott oldat pH-ja 6,2 legyen.
- 3.7. Általános indikátorpapír, 1-11 pH tartományú.

4. Eszközök

Szokásos laboratóriumi felszerelés.

- 4.1. Kerek szűrőpapír, 110 mm-es átmérőjű, Schleicher és Schüll 575-ös számú, vagy azzal megegyező.
- 4.2. Nagynyomású folyadék-kromatográf változtatható hullámhosszú detektorral.
- 4.3. Oszlop: hossz: 120 mm, belső átmérő 4,6 mm; szám: kettő, sorba kötve, az első oszlop: nucleosil^R 5 C18 vagy azzal megegyező, második oszlop – VydacTM-301-SB vagy azzal megegyező.

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

5.1.1. Folyékony minták (samponok)

Pontosan mérjük be kb. 1,0 g vizsgálati mintát egy 10 ml-es csiszolt üveg dugós kalibrált csőbe vagy mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze.

Szükség esetén szűrjük le az oldatot. Határozzuk meg az oldat jodát tartalmát HPLC-vel az 5.2. szakaszban leírtak szerint.

5.1.2. Szilárd minták (szappanok)

Vágjuk apróra a minta egy részét és pontosan mérjük be kb. 1,0 g vizsgálati mintát egy 100 ml-es csiszolt üveg dugós edénybe. Töltsük fel 50 ml-re vízzel és rázzuk erősen 1 percig. Centrifugáljuk le és szűrjük át szűrőpapíron (4.1.) vagy hagyjuk a keveréket legalább egy éjszakán át állni. Rázzuk meg erősen a kocsonyás oldatot és szűrjük át szűrőpapíron (4.1.). Határozzuk meg az oldat jodát tartalmát HPLC-vel az 5.2. szakaszban leírtak szerint.

5.2. Kromatográfia

Ára mlási sebesség: 1 ml/perc.

Detektor hullámhossz (4.2.): 210 nm.

Befecskendezési térfogat: 10 μ l.

Mérés: csúcs alatti terület.

5.3. Kalibrálás

Pipetázzunk sorrendben 1,0, 2,0, 5,0, 10,0 és 20,0 ml nátrium jodát törzsoldatot (3.3.) 50 ml-es mérőlombikokba. Jelig töltsük fel és keverjük össze.

Az így kapott oldatok rendre 0,01, 0,02, 0,05, 0,10 és 0,20 mg nátrium-jodátot tartalmaznak milliliterenként.

Fecskendezzünk be egy 10 μ l-es részletet minden egyes standard jodát oldatból a folyadék-kromatográfbba (4.2.) és vegyük fel a kromatogramot. Határozzuk meg a jodát csúcs alatti területét és rajzoljunk fel egy görbét, ami megadja az összefüggést a csúcs alatti terület és a nátrium-jodát koncentráció között.

6. Számítás

Számítsuk ki a nátrium-jodát tartalmat tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\% \text{ (m/m) nátrium-jodát} = \frac{V_c}{10 m},$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.) tömege, grammal,

V = a mintaoldat teljes térfogata, milliliterben, az 5.1. pont szerint előállítva,

C = a nátrium-jodátnak a kalibrációs görbéről (5.3.) leolvasott koncentrációja milligramm per milliliterben.

7. Ismételhetőség¹

0,1%-os (m/m) nátrium-jodát-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,002%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

8. Megerősítés**8.1. Alapelv**

Egy kozmetikai termék savanyított oldatában, a jodátot (IO_3^-) szulfittal jodiddá (I^-) redukáljuk és a kapott oldatot HPLC-vel vizsgáljuk. Ha egy csúcs, amely a jodátnak megfelelő retenciós időnél jelentkezik, a szulfitos kezelés után eltűnik, akkor az eredeti csúcsot nagy valószínűséggel a jodátnak tulajdoníthatjuk.

8.2. Eljárás

Pipetázzunk egy 5 ml-es adagot az 5.1.-ben leírtak szerint kapott mintaoldatból egy Erlenmeyer lombikba.

Állítsuk az oldat pH értékét 3-ra vagy alacsonyabbra sósavval (3.1.); általános indikátor papír ellenőrizzük (3.7.).

Adjunk hozzá három csepp nátrium-szulfid oldatot (3.2.) és keverjük össze.

Fecskendezzünk be egy 10 μl -es részletet az oldatból a folyadék-kromatográfbá (4.2.).

Hasonlítsuk össze ezt a kromatogramot az 5 pontban megadottak szerint ugyanarra a mintára kapott kromatogrammal.

(A 85/490/EGK irányelv alapján)

5. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A külön jogszabály szerinti kozmetikai termékekben lévő ezüstnitrát azonosítására és mennyiségi meghatározására, a szelén-diszulfid azonosítására és mennyiségi meghatározására a korpásodás elleni samponokban, az oldható bárium és az oldható stroncium mennyiségi meghatározására pigmentekben sók vagy festéklakkok formájában, a benzil-alkohol azonosítására és mennyiségi meghatározására, a cirkónium azonosítására, a cirkónium, alumínium és klór mennyiségi meghatározására nem aeroszol izzadásgátlókban, valamint a hexamidin, dibró-m-hexamidin, dibró-m-propamidin és klór-hexidin azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszerek

I. EZÜSTNITRÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a vizes kozmetikai termékekben lévő ezüst-nitrát ezüstként történő azonosítását írja le.

2. Fogalommeghatározás

Az ezüstöt klorid ionokkal képzett, jellemző fehér csapadékként azonosítjuk.

3. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. 2 M-os sósav oldat,

3.2. Ammónia oldat: hígítsunk koncentrált ammónium-hidroxid oldatot ($d_{20} = 0,88$ g/ml) azonos mennyiségű vízzel és keverjük össze.

3.3. 2 M-os salétromsav oldat,

4. Eszközök

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés.

4.2. Centrifuga.

5. Eljárás

5.1. Mintegy 1 g-nyi centrifugacsőben lévő mintához adjunk cseppenként 2 M-os sósav oldatot (3.1.), amíg a csapadékképződés befejeződik; keverjük meg és centrifugáljuk le.

5.2. Öntsük le a felülúszó folyadékot, és egyszer mossuk ki a csapadékot öt csepp hideg vízzel. Öntsük le a mosófolyadékot.

5.3. Adjunk a centrifugacsőben lévő csapadékhoz azonos mennyiségű vizet. Melegítsük felforrásig és keverjük meg.

5.4. Forrón centrifugáljuk le; majd öntsük le a felülúszó folyadékot.

5.5. Adjunk a csapadékhoz néhány csepp ammónia oldatot (3.2.); keverjük meg és centrifugáljuk le.

5.6. A felülúszó folyadék egy cseppjéhez adjunk néhány csepp 2 M-os salétromsav oldatot (3.3.) egy üveglemezen.

5.7. Fehér csapadék ezüst jelenlétét jelzi.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer a szempillafestéknek és szemöldökfestéknek szánt kozmetikai termékekben lévő ezüst-nitrát ezüstként történő meghatározására alkalmas.

2. Alapelv

Az ezüstöt a termékben atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. 0,02 M-os salétromsav oldat.

3.2. Ezüst mérőoldatok.

3.2.1. Ezüst-nitrát törzsoldat, 1000 $\mu\text{g/ml}$ -es, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL” vagy azzal megegyező)

3.2.2. Ezüst mérőoldat, 100 $\mu\text{g/ml}$ -es; pipettával töltünk 10 ml törzsoldatot (3.2.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 0,02 M-os salétromsav oldattal (3.1.) és keverjük meg. Ezt a mérőoldatot frissen kell készíteni, és sötétszínű üvegben kell tárolni.

4. Eszközök

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

4.2. Ezüst vajtkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

Mérjük ki pontosan mintegy 0,1 g (m gramm) homogén mintát a termékből. Veszteség nélkül töltsük át egy 1 literes mérőlombikba és töltsük fel a jelig 0,02 M-os salétromsav oldattal (3.1.), majd keverjük meg.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: levegő-acetilén

Hullámhossz: 338,3 nm

Háttér korrekció: van

Fűtési körülmények: gyenge; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy sorozat 100 ml-es mérőlombikba pipetázzunk bele 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml ezüst mérőoldatot (3.2.2.). Töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 0,02 M-os salétromsav oldattal (3.1.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 1,0; 2,0; 3,0, 4,0 és 5,0 μg ezüstöt tartalmaznak milliliterenként.

5.3.2. Mérjük meg egy 0,02 M-os salétromsav oldat (3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla ezüst koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik ezüst mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket az ezüst-koncentráció függvényében.

5.4. Meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó ezüstkoncentrációt.

6. Számítás

Számítsuk ki a minta ezüst-nitrát tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

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

ahol:

m = a vizsgálatához kivett minta (5.1) tömege grammban;

és

c = a mintaoldatban (5.1) lévő ezüstkonzentrációja mikrogramm/ milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

7. Megismételhetőség¹

4% (m/m) ezüst-nitrát tartalom esetén azonos mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem lehet nagyobb mint 0,05% (m/m).

II. SZELÉN-DISZULFID AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA KORPÁSODÁS ELLENI SAMPONOKBAN

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a szelén-diszulfid szelénként történő azonosítását írja le korpásodás elleni samponokban.

2. Alapelv

A szelént jellemző sárgás-narancssárga színe alapján azonosítjuk, amely karbamiddal és kálium-jodiddal való reakciója során alakul ki.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Koncentrált salétromsav ($d_{20} = 1,42$ g/ml)
- 3.2. Karbamid
- 3.3. Kálium-jodid oldat, 10% (m/v)-os; oldjunk fel 10 g kálium-jodidot 100 ml vízben.

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés
- 4.2. Roncsoló cső, 100 ml-es
- 4.3. Blokkhevítő roncsoló
- 4.4. Szűrőpapír (Whatman 42. számú vagy ezzel egyenértékű) vagy egy 0,45 µm-es membránszűrő

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

5. Eljárás

- 5.1. Körülbelül 1 g, roncsoló csőben (4.2.) lévő samponhoz adjunk 2,5 ml koncentrált salétromsavat (3.1.) és roncsoljuk 150 °C-on 30 percig a blokkhevítő roncsolón (4.3.).
- 5.2. Hígítsuk vízzel 25 ml-re a roncsolt mintát és szűrjük át egy szűrőpapíron vagy egy 0,45 µm-es membránszűrőn (4.4.).
- 5.3. 2,5 ml szűrlethez adjunk 5 ml vizet, 2,5 g karbamidot (3.2.) és forraljuk fel. Hűtsük le és adjunk hozzá 1 ml kálium-jodid oldatot (3.3.).
- 5.4. A sárgás-narancssárga szín, ami állás közben gyorsan sötétedik, a szelén jelenlétét jelzi.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer maximálisan 4,5% (m/m) szelén-diszulfid tartalmú, korpásodás elleni samponokban lévő szelén-diszulfid szelén formájában történő meghatározására alkalmas.

2. Alapelv

A mintát salétromsavval roncsoljuk, és az eredményül kapott digerátumban a szelént atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Koncentrált salétromsav ($d_{20} = 1,42$ g/ml)
- 3.2. Salétromsav oldat, 5%-os (v/v); adjunk 50 ml koncentrált salétromsavat (3.1.) 500 ml főzőpohárban lévő vízhez folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 1 literes mérőlombikba, és vízzel töltsük fel a jelig.
- 3.3. Szelén mérő törzsoldat, 1000 µg/ml-es, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL” vagy ezzel egyenértékű)

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés
- 4.2. Roncsoló cső, 100 ml-es
- 4.3. Blokkhevítő roncsoló
- 4.4. Szűrőpapír (Whatman 42-es vagy ezzel egyenértékű) vagy egy 0,45 µm-es membránszűrő
- 4.5. Szelén üreghatós lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés
 - 5.1.1. Mérjük be pontosan kb. 0,1 g (m gramm) homogén sampon mintát egy roncsoló csőbe (4.2.).
 - 5.1.2. Adjunk hozzá 5 ml koncentrált salétromsavat (3.1.), és roncsoljuk 150 °C-on egy órán keresztül egy blokkhevítő roncsolón (4.3.).
 - 5.1.3. Hagyjuk az oldatot lehűlni és hígítsuk fel vízzel 100 ml-re. Szűrjük át egy szűrőpapíron vagy egy 0,45 µm-es membránszűrőn (4.4.), és tartsuk meg a szűrt oldatot a mennyiségi meghatározáshoz.
- 5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: levegő-acetilén
Hullámhossz: 196,0 nm
Háttér korrekció: van
Fűtési körülmények: gyenge; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy 100 ml-es mérőlombik sorozatba pipetázzunk be 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml szelén mérő törzsoldatot (3.3.). Töltsük fel mindegyik lombikot a jelleg 5%-os (v/v) salétromsav oldattal (3.1.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 10, 20, 30, 40 és 50 ÷g szelént tartalmaznak milliliterenként.

5.3.2. Mérjük meg egy 5%-os (v/v) salétromsav oldat (3.2.) abszorbanciáját és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla szelén koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik szelén kalibráló mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a szelén-koncentráció függvényében.

5.4. Mennyiségi meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.3) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó szelén koncentrációt.

6. Számítás

Számítsuk ki a minta szelén-diszulfid tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{szelén-diszulfid} = \frac{1,812 \times c}{100 \times m},$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.1) tömege grammban;

és

c = a mintaoldatban (5.1.3) lévő szelénkoncentráció mikrogramm/ milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

7. Megismételhetőség¹

1% (m/m) szelén-diszulfid tartalom esetén azonos mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,05%-ot (m/m).

III. OLDHATÓ BÁRIUM ÉS OLDHATÓ STRONCIUM MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA PIGMENTEBEN SÓK VAGY LAKKOK FORMÁJÁBAN

A. OLDHATÓ BÁRIUM MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a pigmentekben lévő oldható bárium sók vagy lakkok formájában történő extrakciós eljárását és mennyiségi meghatározását írja le.

2. Alapelv

A pigmentet meghatározott körülmények között 0,07 M-os sósavval kivonjuk, és az kivonatban lévő bárium mennyiségét atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Abszolút etil-alkohol

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

- 3.2. 0,07 M-os sósav oldat
- 3.3. 0,5 M-os sósav oldat
- 3.4. 8%-os (m/v) kálium-klorid oldat; oldjunk fel 16 g kálium-kloridot 200 ml 0,07 M-os sósav oldatban (3.2.).
- 3.5. Bárium mérőoldatok
- 3.5.1. Bárium mérő törzsoldat, 1000 ñg/ml, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL” vagy ezzel egyenértékű)
- 3.5.2. Bárium standard oldat, 200 ñg/ml; pipettával töltünk 20 ml bárium mérő törzsoldatot (3.5.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg.

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelések
- 4.2. pH-mérő, $\pm 0,02$ egység pontossággal
- 4.3. Körkörös rázógép
- 4.4. 0,45 ñm-es pórúsméretű membránszűrő
- 4.2. Bárium üregkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés
- 5.1.1. Mérjük be pontosan kb. 0,5 g (m gramm) pigmentet egy Erlenmeyer lombikba. Azért, hogy a hatékony keveréshez elégséges térfogatot biztosítsunk, 150 ml-nél kisebb térfogatú lombik nem használható.
- 5.1.2. Pipettával adjunk hozzá 1,0 ml etil-alkoholt, és forgassuk a lombikot, hogy a festék nedvesítése alapos legyen. Egy bürettából adjunk hozzá pontosan olyan mennyiségű 0,07 M-os sósav oldatot (3.2.), amely pontosan 50 milliliter/ gramm savtérfogat/ pigment-tömeg arányt biztosít. Az etil-alkoholt tartalmazó kivonat teljes térfogata legyen „V” ml. Rázzuk össze a lombik tartalmát öt másodpercig, hogy a komponensek tökéletesen összekeveredjenek.
- 5.1.3. Egy pH-mérő (4.2.) segítségével mérjük meg a kapott szuszpenzió pH-ját, és ha az 1,5 felett van, adjunk hozzá cseppenként 0,5 M-os sósavat (3.3.) addig, amíg 1,4-1,5-ös tartományba be nem áll.
- 5.1.4. A lombikot dugóval zárjuk be, és rögtön kezdjük el rázni 60 percen keresztül egy körkörös rázógéppel (4.3.). A rázógépnek akkora sebességen kell működnie, hogy hab képződjön. Szűrjük át egy 0,45 ñm-es membránszűrőn és gyűjtsük össze a szűrletet. Ne centrifugáljuk a kivonatot szűrés előtt. Pipettával töltünk 5,0 ml szűrletet egy mérőlombikba; töltjük fel a jelig 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezt az oldatot használjuk a stroncium (B. rész) meghatározására is.
- 5.1.5. Pipettával mérjük be egy 100 ml-es mérőlombikba 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.4.) és a hígított szűrletből (5.1.4.) egy várhatóan 3 és 10 ñg bárium/ milliliter közötti koncentrációnak megfelelő elkülönített részt (W_{Ba} ml). (Egy 10 ml-es részletnek elégnek kell lennie egy kezdőponthoz). Töltsük fel 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg.
- 5.1.6. Az oldat bárium koncentrációját (5.1.5.) atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg még ugyanazon a napon.
- 5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához
 - Láng: nitrogénoxid-acetilén
 - Hullámhossz: 553,5 nm
 - Háttér korrekció: nincs

Fűtési körülmények: gyenge; a maximális abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

5.3.1. Egy sorozat 100 ml-es mérőlombikba pipetázzunk be 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml bárium mérőoldatot (3.5.2.). Mindegyik lombikba pipetázzunk be 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.4.); töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 0,07 M sósav oldattal (3.2) és keverjük össze. Ezek az oldatok 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 és 10,0 ÷ b áriumot tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk egy vakoldatot, amiből hiányzik a bárium mérőoldat.

5.3.2. Mérjük meg a vakoldat (5.3.1.) abszorbanciáját és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla bárium koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik bárium mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a bárium-koncentráció függvényében.

5.4. Mennyiségi meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.3.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó bárium koncentrációt.

6. Számítás

A pigment oldható bárium tartalmát (% m/m) a következő képlet adja meg:

$$\text{oldható bárium\%(m/m)} = \frac{c \times V}{10W_{Ba} \times m},$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.1.) tömege grammban;

c = a mintaoldatban (5.1.5.) lévő bárium-koncentráció mikrogramm/ milliliterben, a kalibrációs görbe alapján;

V = a kivonat össztérfogata milliliterben (5.1.2.);

és

W_{Ba} = az 5.1.5. pontban kivett kivonat térfogata

7. Megismételhetőség

Ennek a módszernek a legjobb becsült megismételhetősége 0,3% (ISO 5725) 2%-os (m/m) oldható bárium tartalom esetén.

8. Megjegyzések

8.1. Bizonyos körülmények között a bárium abszorbanciája megnőhet kalcium jelenlétében. Ez 5 g/l¹ magnézium-ion adagolásával ellensúlyozható.

8.2. Az atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma – emissziós optikai spektrometria használata.

B. OLDHATÓ STRONCIUM MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a festékekben lévő oldható stroncium extrakciós eljárását és sók vagy lakkok formájában történő mennyiségi meghatározását írja le.

¹ „A magnézium módosító anyagként viselkedik a bárium lángemissziós atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározásánál” Jerrow, M. et.al. *Analytical Proceedings*, 1991, 28,40.

2. Alapelv

A mintát meghatározott körülmények között 0,07 M-os sósavval kivonjuk, és a kivonatban lévő stroncium mennyiségét atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Abszolút etil-alkohol
- 3.2. 0,07 M-os sósav oldat
- 3.3. 8%-os (m/v) kálium-klorid oldat: oldjunk fel 16 g kálium-kloridot 200 ml 0,07 M-os sósav oldatban (3.2.).
- 3.4. Stroncium mérőoldatok
 - 3.4.1. Stroncium mérő törzsoldat, 1000 $\mu\text{g/ml}$, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL” vagy ezzel egyenértékű)
 - 3.4.2. Stroncium mérőoldat, 100 $\mu\text{g/ml}$: pipettával töltsünk 10 ml stroncium mérő törzsoldatot (3.4.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,07 M-os sósav oldattal (3.2.) és keverjük össze.

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés
- 4.2. 0,45 μm -es pórusméretű membránszűrő
- 4.3. Stroncium vájtkatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés

Az A.5.1.4. pontban elkészített oldatot használjuk az oldott stroncium tartalom mennyiségi meghatározására.

 - 5.1.1. Pipettával mérjük be egy 100 ml-es mérőlombikba 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.4.) és a hígított szűrletből (A.5.1.4.) egy várhatóan 2 és 5 μg stroncium/ milliliter közötti koncentrációjú leválasztott részt (W ml). (Egy 25 ml-es részletnek elegendőnek kell lennie a kezdőponthoz). Töltsük fel 0,07 M sósav oldattal (3.2.) és keverjük össze.
 - 5.1.2. Az oldat stroncium koncentrációját (5.1.5.) atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg még ugyanazon a napon.
- 5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén
Hullámhossz: 460,7 nm
Háttér korrekció: nincs
Fűtési körülmények: gyenge; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.
- 5.3. Kalibrálás
 - 5.3.1. Egy sorozat 100 ml-es mérőlombikba pipetázzunk be 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 és 5,0 ml stroncium mérőoldatot (3.5.2.). Mindegyik lombikba pipetázzunk bele 5,0 ml kálium-klorid oldatot (3.3.); töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 0,07 M sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 és 5,0 μg stronciumot tartalmaznak milliliterenként.
Hasonlóképpen készítsünk a vakpróba oldatot, amiből hiányzik a stroncium mérőoldat.

- 5.3.2. MÉRJÜK meg egy vakpróba oldat (5.3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla stroncium koncentrációjaként használjuk. MÉRJÜK meg mindegyik stroncium mérőoldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a stroncium-koncentráció függvényében.
- 5.4. Mennyiségi meghatározás
MÉRJÜK meg a mintaoldat (5.1.3.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó stroncium koncentrációt.

6. Számítás

A pigment oldható stroncium tartalmát (% m/m) a következő képlet adja meg:

$$\text{oldható stroncium}\%(m/m) = \frac{c \times v}{10W_{\text{Sr}} \times m},$$

ahol:

- m = a vizsgálatához kivett minta (A.5.1.1.) tömege grammban;
c = a mintaoldatban (5.1.1.) lévő stroncium-koncentráció mikrogramm/
milliliterben, a kalibrációs görbe alapján;
V = a kivonat térfogata milliliterben (A.5.1.2.);
és
W_{Sr} = az 5.1.1. pontban kivett kivonat térfogata

7. Megismételhetőség

Ennek a módszernek 0,09% a legjobb becsült megismételhetősége (ISO 5725) 0,6%-os (m/m) oldható stroncium tartalom esetén.

8. Megjegyzés

Az atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma – emissziós optikai spektrometria használata.

IV. BENZIL-ALKOHOL AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő benzil-alkohol azonosítását írja le.

2. Alapelv

A benzil-alkoholt szilikagél lemezekon végrehajtott vékonyréteg-kromatográfia segítségével azonosítjuk.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Benzil-alkohol
3.2. Kloroform
3.3. Abszolút etil-alkohol
3.4. n-Pentán
3.5. Futtató oldat: dietil-éter

- 3.6. Benzil-alkohol mérőoldat: mérjünk be 0,1 g benzil-alkoholt (3.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba, töltsük fel jelig etil-alkohollal (3.3.) és keverjük össze.
- 3.7. Vékonyréteg kromatográfiás üveglemezek, 100 × 200 mm-es vagy 200 × 200 mm-es, 0,25 mm vastag szilikagél 60 F₂₅₄ réteggel bevonva.
- 3.8. Előhívószer: 12-molibdén-foszforsav, 10% (m/v) etil-alkoholban (3.3.)

4. Eszközök

- 4.1. Normál vékonyréteg kromatográfiás készülék
- 4.2. Kromatográfiás kád, kétcsatornás kamrával, külső méretei kb. 80 mm × 230 mm × 240 mm
- 4.3. Kromatográfiás papír: Whatman vagy ezzel egyenértékű
- 4.4. Ultraibolya lámpa, hullámhossz 254 nm.

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés
Mérjünk be 1,0 g-ot az vizsgálni kívánt termékből egy 10 ml-es mérőlombikba. Adjunk hozzá 3 ml kloroformot (3.2.) és rázzuk erősen addig, amíg a termék teljesen feloldódik. Töltsük fel jelig etil-alkohollal (3.3.) és rázzuk erősen addig, míg egy tiszta vagy csaknem tiszta oldatot kapunk.
- 5.2. Vékonyréteg kromatográfia
- 5.2.1. Töltsük fel a kromatográfiás kádat (4.2.) n-pentánnal (3.4.) a következőképpen: vonjuk be a hátsó csatorna melletti kamrafalat a kromatográfiás papírral (4.3.) biztosítva, hogy a papír alsó széle a csatornában legyen. Töltsünk 25 ml n-pentánt (3.4) a hátsó csatornába olyan módon, hogy a kromatográfiás papír exponált felületére öntjük az oldószert. Azonnal tegyük vissza a fedelet és hagyjuk a kádat állni 15 percig.
- 5.2.2. Vigyünk fel 10 ÷l mintaoldatot (5.1.) és 10 ÷l benzil-alkohol m érőoldatot (3.6.) a vékonyréteg kromatográfiás lemez (3.7.) alapvonalának megfelelő pontjaira. Hagyjuk megszáradni.
- 5.2.3. Pipetázzunk 10 ml dietil-étert (3.5.) a kád elején lévő csatornába, és közvetlenül ezután tegyük a lemezt (5.2.2.) ugyanebbe a csatornába. Gyorsan tegyük vissza a kád fedelét, és futtassuk a folyadékot a lemezen 150 mm távolságig. Vegyük ki a lemezt a kromatográfiás tartályból, és hagyjuk megszáradni szobahőmérsékleten.
- 5.2.4. Vizsgáljuk meg a lemezt (5.2.3.) ultraibolya lámpa alatt, és jelöljük be a lila foltokat. Permetezzük be a lemezt az előhívószerrel (3.8.), és azután melegítsük 120 °C-on mintegy 15 percen keresztül. A benzil-alkohol sötétkék foltként jelenik meg.
- 5.2.5. Számítsuk ki az R_f értéket, amit a benzil-alkohol mérőoldattal kapunk. Egy ugyanolyan R_f értékkel rendelkező, a mintaoldatból kapott sötétkék folt benzil-alkohol jelenlétét jelzi. Detektálási határérték: 0,1 ÷g benzil-alkohol.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő benzil-alkohol meghatározását írja le.

2. Meghatározás

Az e módszerrel meghatározott benzil-alkohol mennyiségét tömegszázalékban (% m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

A mintát metil-alkohollal vonjuk ki, és a kivonatban található benzil-alkohol mennyiségét nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg.

4. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie és alkalmasnak HPLC-re, ahol ez szükséges.

4.1. Metilalkohol

4.2. 4-Etoxi-fenol

4.3. Benzil-alkohol

4.4. Mozgó fázis: metil-alkohol (4.1.) / víz (45:55; v/v)

4.5. Benzil-alkohol törzsoldat: mérjük be pontossággal körülbelül 0,1 g benzil-alkoholt (4.3) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig metil-alkohollal (4.1.) és keverjük össze.

4.6. Belső standard oldat: mérjük be nagy pontossággal mintegy 0,1 g 4-etoxifenolt (4.2.) egy 1 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig metil-alkohollal (4.1.) és keverjük össze.

4.7. Standard oldatok: egy sorozat 25 ml-es mérőlombikba pipetázzunk benzil-alkohol törzsoldatot (4.5.) és belső standard oldatot (4.6.) az alábbi táblázatban megadott mennyiségekben. Töltsük fel a jelig metil-alkohollal és keverjük össze.

Standard oldat	Benzil-alkohol koncentráció		3-etoxi-fenol koncentráció	
	hozzáadott ml (4.5.)	ì m/ml*	hozzáadott ml (4.6.)	ì m/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

* Ezek az értékek példaként szerepelnek, és olyan standard oldatok koncentrációinak felelnek meg, amelyeket benzil-alkohol (4.5.) és 4-etoxi-fenol (4.6.) oldatok felhasználásával készítettünk, amelyek pontosan 0,1% (m/v) benzil-alkoholt és pontosan 0,1% (m/v) 4-etoxi-fenolt tartalmaznak.

5. Eszközök

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

5.2. Nagynyomású kromatográfiás berendezés változtatható hullámhosszú ultraibolya detektorral és 10 ìl-es befecskendező hurok.

5.3. Analitikai oszlop: 250 mm × 4,6 mm rozsdamentes acél oszlop 5 ìm-es Spherisorb ODS vagy ezzel egyenértékű töltettel ellátva.

5.4. Vízfürdő

5.5. Ultrahangos fürdő

5.6. Centrifuga

5.7. Centrifugacsövek, 15 ml kapacitással

6. Eljárás

6.1. Mintaelőkészítés

Mérjük be nagy pontossággal mintegy 0,1 g (m gramm) mintát egy centrifugacsőbe (5.7.) és adjunk hozzá 5 ml metil-alkoholt (4.1.).

- 6.1.2. Melegítsük vízfürdön (5.4.) 10 percig 50 °C-ot tartva, azután tegyük a csövet ultrahangos fürdőbe (5.5.), amíg a minta teljesen feloldódik.
- 6.1.3. Hűtsük le, azután centrifugáljuk 3500 percenkénti fordulatszám mellett öt percig.
- 6.1.4. A felülúszó folyadékot töltsük át egy 25 ml-es mérőlombikba.
- 6.1.5. Újra vonjuk ki a mintát további 5 ml metil-alkohollal (4.1.). Egyesítsük a kivonatokat egy 25 ml-es mérőlombikban.
- 6.1.6. Pipetázzunk 2,0 ml belső standard oldatot (4.6.) egy 25 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig metil-alkohollal (4.1.) és keverjük össze. Ezt az oldatot használjuk a 6.4 pontban leírt vizsgálat meghatározási szakaszában.
- 6.2. Kromatográfia
- 6.2.1. Szereljük össze a nagynyomású kromatográfiás berendezést (5.2.) a szokásos módon. A mozgó fázis (4.4.) áramlási sebességét állítsuk 2,0 ml/ perc értékre.
- 6.2.2. Az UV detektor (5.2.) hullámhosszát állítsuk 210 nm-re.
- 6.3. Kalibrálás
- 6.3.1. Minden standard oldatból (4.7.) fecskendezzünk 10 ñl-t, és mérjük meg a benzil-alkohol területeket és a 4-etoxi-fenol csúcsokat.
- 6.3.2. Minden standard oldatra (4.7.) számítsuk ki a benzil-alkoholnak a 4-etoxi-fenolhoz viszonyított csúcsterületek arányát. Vigyük fel ezeket az arányokat a kalibrációs görbe ordinátájára, a hozzátartozó benzil-alkohol koncentrációkat pedig az abszcisszára ñg/milliliterben.
- 6.4. Mennyiségi meghatározás
- 6.4.1. Fecskendezzünk be 10 ñl mintaoldatot (6.1.6.), és mérjük meg a benzil-alkohol és a 4-etoxi-fenol csúcsterületeit. Számítsuk ki a benzil-alkohol és a 4-etoxi-fenol csúcsterületek arányát. Ismételjük meg ezt a folyamatot további 10 ñl-es mintaoldat részletekben, amíg ellentmondásmentes eredményeket kapunk.
- 6.4.2. A kalibrációs görbéről (6.3.2.) olvassuk le a benzil-alkohol / 4-etoxifenol csúcsterülethez tartozó benzil-alkohol koncentrációt.

7. Számítás

Számítsuk ki a minta benzil-alkohol tartalmát tömegszázalékban a következő képlet segítségével:

$$\text{benzil - alkohol \% (m/m)} = \frac{c}{400 \times m},$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (6.1.1.) tömege grammban;

és

c = a mintaoldatban (6.1.6.) lévő benzil-alkohol-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

8. Megismételhetőség¹

1% (m/m) benzil-alkohol-tartalom esetén azonos a mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározás eredménye közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,10%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

V. CIRKÓNIUM AZONOSÍTÁSA ÉS CIRKÓNIUM, ALUMINIUM ÉS KLÓR MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA NEM-AEROSZOL IZZADÁSGÁTLÓKBAN

A módszer öt lépést tartalmaz:

- A. Cirkónium azonosítása
- B. Cirkónium meghatározása
- C. Alumínium meghatározása
- D. Klór meghatározása
- E. Az alumínium atomok cirkónium atomokhoz viszonyított aránya, valamint az alumínium és cirkónium atomok klór atomokhoz viszonyított arányának számítása

A. CIRKÓNIUM AZONOSÍTÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a nem-aeroszol izzadásgátló kozmetikai termékekben lévő cirkónium azonosítását írja le. Nem történt kísérlet olyan módszer leírására, amely az alumínium-cirkónium-klorid komplex $[AlxZr(OH),Cl,nH_2O]$ azonosítására alkalmas.

2. Alapelv

A cirkóniumot jellemző, vörös-lila csapadéka alapján azonosítjuk, amely alizarin-vörös S oldattal képződik erősen savas környezetben.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Koncentrált sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml)
- 3.2. Alizarin-vörös S (CL 58005) oldat: alizarin-szulfonát 2%-os (m/v) vizes oldata.

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

5. Eljárás

- 5.1. Körülbelül 1 g-nyi, vizsgálati csőben lévő mintához adjunk 2 ml vizet. Dugóval zárjuk le és rázzuk fel.
- 5.2. Adjunk hozzá néhány csepp alizarin-vörös S oldatot (3.2.), majd 2 ml koncentrált sósavat (3.1.). Dugóval zárjuk le és rázzuk össze.
- 5.3. Hagyjuk állni kb. két percig.
- 5.4. Vörös-ibolya színű felülúszó folyadék és csapadék a cirkónium jelenlétét jelzi.

B. CIRKÓNIUM MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer nem-aeroszol izzadásgátlókban lévő cirkóniumnak alumínium-cirkónium-klorid-hidroxid komplexekben történő meghatározására alkalmas legfeljebb 7,5% (m/m) cirkónium-koncentrációig.

2. Alapelv

A cirkóniumot savas körülmények között kivonjuk a termékből, és atomabszorpciós lángspektrometriával határozzuk meg.

3. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Koncentrált sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml)
- 3.2. 10%-os (v/v) sósav oldat: adjunk 100 ml koncentrált sósavat (3.1.) 500 ml vízhez egy főzőpohárban, folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 1 literes mérőlombikba és töltsük fel a jelig vízzel.
- 3.3. Cirkónium standard törzsoldat, 1000 μ g/ml-es, 0,5 M-os sósav oldatban („SpectrosoL” vagy ezzel megegyező)
- 3.4. Alumínium-klorid (hidratált) $[\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ reagens: oldjunk fel 22,6 g alumínium-klorid-hexahidrátot 250 ml 10%-os (v/v) sósav oldatban (3.2.).
- 3.5. Ammónium-klorid reagens: oldjunk fel 5,0 g ammónium-kloridot 250 ml 10%-os (v/v) sósav oldatban (3.2.).

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés
- 4.2. Főzőlap mágneses keverővel
- 4.3. Szűrőpapír (Whatman. 41. számú vagy ezzel megegyező)
- 4.4. Cirkónium üreghatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés
 - 5.1.1. Mérjünk be pontosan kb. 0,1 g (m gramm) homogén mintát a termékből egy 150 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 40 ml vizet és 10 ml koncentrált sósavat (3.1.).
 - 5.1.2. Tegyük fel a főzőpoharat a mágneses keverővel ellátott főzőlapra (4.2.). Indítsuk el a keverést, és forrásig melegítsük. A gyors száradás megelőzése érdekében tegyünk egy óraüveget a főzőpohár tetejére. Forraljuk öt percig, vegyük le a főzőpoharat a főzőpoharat és hűtsük le szobahőmérsékletre.
 - 5.1.3. A szűrőpapír (4.3.) felhasználásával szűrjük le a főzőpohár tartalmát egy 100 ml-es mérőlombikba. Öblítsük ki a főzőpoharat kétszer 10 ml-nyi vízzel, és szűrés után öntsük a szűrletet a lombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük meg. Ezt az oldatot használjuk az alumínium (C. rész) meghatározására is.
 - 5.1.4. Pipetázzunk 20,00 ml mintaoldatot (5.1.3), 5,00 ml alumínium-klorid reagenst (3.4.) és 5,00 ml ammónium-klorid reagenst (3.5.) egy 50 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 10%-os (v/v) sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg.
- 5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén
Hullámhossz: 360,1 nm
Háttér korrekció: nincs
Fűtési körülmények: dús; a maximális abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.
- 5.3. Kalibrálás
 - 5.3.1. Egy 50 ml-es mérőlombik sorozatba pipetázzunk be 5,00; 10,00; 15,00; 20,00 és 25,00 ml cirkónium standard törzsoldatot (3.3.). Mindegyik mérőlombikba pipetázzunk be 5,00 ml alumínium-klorid reagenst (3.4.) és 5,00 ml ammónium-klorid reagenst (3.5.) Töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 10%-os (v/v) sósav oldattal (3.2.) és keverjük

meg. Ezek az oldatok 100, 200, 300, 400 és 500 ñg cirkóniumt tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk el egy vakpróba oldatot is, amelyből kihagyjuk a cirkónium standard oldatot.

- 5.3.2. MÉRJÜK meg a vakpróba oldat (5.3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla cirkónium koncentrációjaként használjuk. MÉRJÜK meg mindegyik cirkónium kalibráló standard oldat (5.3.1.) abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét, ábrázoljuk az abszorbancia értékeket a cirkónium-koncentráció függvényében.

- 5.4. Meghatározás

MÉRJÜK meg a mintaoldat (5.1.4.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó cirkónium koncentrációt.

6. Számítás

Számítsuk ki a minta cirkónium tartalmát tömegszázalékban (% m/m) a következő képlet használatával:

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

ahol:

m = a vizsgálatához kivett minta (5.1.1.) tömege grammban;

és

c = a mintaoldatban (5.1.) lévő cirkónium-koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbealapján.

7. Megismételhetőség ¹

3,00% (m/m) cirkónium-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározása közötti különbség értéke nem haladhatja meg a 0,10%-ot (m/m).

8. Megjegyzés

A atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma–emissziós optikai spektrometria használata.

C. ALUMÍNIUM MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer nem-aeroszol izzadásgátlókban található alumínium-cirkónium-klorid-hidroxid komplexekben lévő alumínium meghatározására alkalmas legfeljebb 12% (m/m) alumínium-koncentrációig.

2. Alapelv

Az alumíniumot savas körülmények között kivonjuk a termékből, és atomabszorpciós lángspektrometriával határozzuk meg.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Koncentrált sósav (d₂₀ = 1,18 g/ml)

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

- 3.2. 1%-os (v/v) sósav oldat: adjunk 10 ml koncentrált sósavat (3.1.) 500 ml vízhez egy főzőpohárban, folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 1-literes mérőlombikba és töltsük fel a jelig vízzel.
- 3.3. Alumínium mérő törzsoldat, 1000 ÷g/ml-es, 0,5 M-os salétromsav oldatban („SpectrosoL” vagy ezzel megegyező)
- 3.4. Kálium-klorid reagens: oldjunk fel 10,0 g kálium-kloridot 250 ml 10%-os (v/v) sósav oldatban (3.2.).

4. Eszközök

- 4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés
- 4.2. Alumínium üreghatódos lámpával felszerelt atomabszorpciós spektrométer.

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

A B.5.1.3. pontban elkészített oldatot használjuk az alumíniumtartalom meghatározására.

- 5.1.1. Pipetázzunk 5,00 ml mintaoldatot (5.1.3.) és 10,00 ml kálium-klorid reagenst (3.4.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 1%-os (v/v) sósav oldattal (3.2.), és keverjük meg.

5.2. Feltételek az atomabszorpciós spektrometriához

Láng: nitrogénoxid-acetilén

Hullámhossz: 309,3 nm

Háttér korrekció: nincs

Fűtési körülmények: dús; a legnagyobb abszorbancia biztosításához szükség lesz a lángmagasság és a fűtési körülmények optimalizálására.

5.3. Kalibrálás

- 5.3.1. Egy 100 ml-es mérőlombi sorozatba pipetázzunk be 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 és 5,00 ml alumínium mérő törzsoldatot (3.3.). Mindegyik mérőlombikba pipetázzunk be 10,00 ml kálium-klorid reagenst, (3.4.) és töltsük fel mindegyik lombikot a jelig 1%-os (v/v) sósav oldattal (3.2.) és keverjük meg. Ezek az oldatok 10, 20, 30, 40 és 50 ÷g alumíniumot tartalmaznak milliliterenként.

Hasonlóképpen készítsünk el egy vakpróba oldatot is, amelyből kihagyjuk az alumínium mérőoldatot.

- 5.3.2. Mérjük meg a vakoldat (5.3.1.) abszorbanciáját, és a kapott értéket a kalibrációs görbe nulla alumínium koncentrációjaként használjuk. Mérjük meg mindegyik alumínium kalibráló mérőoldat abszorbanciáját. Rajzoljuk meg a kalibrációs görbét az abszorbancia értékeknek az alumínium-koncentráció függvényében való ábrázolásával.

5.4. Meghatározás

Mérjük meg a mintaoldat (5.1.1.) abszorbanciáját. A kalibrációs görbéről olvassuk le a mintaoldatra kapott abszorbanciához tartozó alumínium koncentrációt.

6. Számítás

Számítsuk ki a minta alumínium tartalmát tömegszázalékban (%m/m) a következő képlet segítségével:

$$\text{alumínium\% (m/m)} = \frac{c}{5 \times m},$$

ahol:

m = a vizsgálati minta (B.5.1.1.) tömege grammban;

és

c = a mintaoldatban (5.1.1.) lévő alumínium-koncentráció mikrogramm/ milliliterben, a kalibrációs görbe alapján.

7. Megismételhetőség¹

3,5% (m/m) alumínium-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredménye közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,10%-ot (m/m).

8. Megjegyzés

Az atomabszorpciós lángspektrometria mellett megengedett az induktív kapcsolású plazma - emissziós optikai spektrometria használata.

D. KLÓR MEGHATÁROZÁSA**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer a nem-aeroszol izzadásgátlókban lévő alumínium-cirkónium-klorid-hidroxid komplexekben klorid ionok formájában jelenlévő klór meghatározására alkalmas.

2. Alapelv

A termékben lévő klorid iont potenciometrikus titrálással határozzuk meg ezüst-nitrát mérőoldatra vonatkoztatva.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3.1. Koncentrált salétromsav ($d_{20} = 1,42$ g/ml)

3.2. 5%-os (v/v) salétromsav oldat: adjunk 25 ml koncentrált salétromsavat (3.1.) 250 ml vízhez egy főzőpohárban, folyamatos keverés mellett. Töltsük át ezt az oldatot egy 500 ml-es mérőlombikba és töltsük fel a jelig vízzel.

3.3. Aceton

3.4. 0,1 M-os ezüst-nitrát oldat („AnalaR” vagy ezzel egyenértékű)

4. Eszközök

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelések

4.2. Mágneses keverővel ellátott főzőlap

4.3. Ezüst elektród

4.4. Kalomel referencia elektród

4.5. Potenciometrikus titrálásra alkalmas pH/milivolt mérő

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

5.1.1. Mérjünk be pontosan kb. 1,0 g-ot (m gramm) a termék homogén mintájából egy 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 80 ml vizet és 20 ml 5%-os (v/v) salétromsav (3.2.) oldatot.

5.1.2. Tegyük a főzőpoharat a mágneses keverővel ellátott főzőlapra (4.2.). Indítsuk el a keverést, és melegítsük forrásig. A gyors kiszáradás elkerülése érdekében tegyünk egy óraüveget a főzőpohár tetejére. Forraljuk öt percen keresztül, aztán vegyük le a főzőpoharat a főzőlapról és hűtsük le szobahőmérsékletűre.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

- 5.1.3. Adjunk hozzá 10 ml acetont (3.3.), mérítsük az elektródokat az oldat felszíne alá, és indítsuk meg a keverést. Titráljuk potenciometriásan 0,1 M-os ezüst-nitráttal (3.4.), és rajzoljuk fel a differenciálgörbét a végpont („V” ml) meghatározásához.

6. Számítás

Számítsuk ki a minta klór tartalmát tömegszázalékban (%m/m) a következő képlet segítségével:

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

ahol:

m = a vizsgálati minta (5.1.1.) tömege grammban;

és

V = a titrálás végpontjában a 0,1 M-os ezüst-nitrát térfogata milliliterben (5.1.3.)

7. Megismételhetőség¹

4% (m/m) klór-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamos végzett két mennyiségi meghatározás közötti eltérés értéke nem haladhatja meg a 0,10%-ot (m/m).

E. AZ ALUMÍNIUM ATOMOK CIRKÓNIUM ATOMOKHOZ ÉS AZ ALUMÍNIUM ÉS CIRKÓNIUM ATOMOK KLÓRATOMOKHOZ VISZONYÍTOTT ARÁNYÁNAK SZÁMÍTÁSA

1. Az alumínium atomok cirkónium atomokhoz viszonyított arányának számítása

Az Al : Zr arányt a következő képlettel számítjuk ki:

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

2. Az alumínium és cirkónium atomok klóratomokhoz viszonyított arányának számítása

Az (Al + Zr) : Cl arányt a következő képlettel számítjuk ki:

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

VI. HEXAMIDIN, DIBRÓM-HEXAMIDIN, DIBRÓM-PROPAMIDIN ÉS KLÓR-HEXIDIN AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a következő vegyületek minőségi és mennyiségi meghatározását írja le:

- hexamidin és sói, beleértve az izotianátot és a 4-hidroxi-benzoátot,
- dibróm-hexamidin és sói, beleértve az izotianátot,
- dibróm-propamidin és sói, beleértve az izotianátot,
- klór-hexidin-diacetát, -diglikonát és -dihidro-klorid kozmetikai termékekben.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

2. Fogalommeghatározás

Az e módszerrel meghatározott hexamidin, dibró-m-hexamidin, dibró-m-propamidin és klór-hexidin koncentrációkat tömegszázalékban (% m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

Az azonosítást és meghatározást nagynyomású, fordított fázisú ionpár-folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg, amit ultraibolya spektrofotometriás detektálás követ. A hexamidint, dibró-m-hexamidint, dibró-m-propamidint és klór-hexidint a kromatográfiás oszlopon mért retenciós idejük alapján azonosítjuk.

4. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie és HPLC-hez megfelelőnek.

4.1. Metil-alkohol

4.2. 1-heptánszulfonsav nátriumsója, monohidrát

4.3. Ecetsav (jégecet), ($d_{20} = 1,05$ g/ml)

4.4. Nátrium-klorid

4.5. Mozgó fázisok

4.5.1. I. oldószer: 0,005 M-os 1-heptán-szulfonsav nátrium sója monohidrát (4.2.) metil-alkoholban (4.1.), pH 3,5 értékre beállítva jégecettel (4.3.).

4.5.2. II. oldószer: 0,005 M-os 1-heptán-szulfonsav nátrium sója monohidrát (4.2.) vízben pH 3,5 értékre beállítva jégecettel (4.3.).

Megjegyzés: Ha szükséges a csúcsok alakjának javítása, a mozgó fázist módosítani lehet, és a következőképpen lehet elkészíteni:

– I. oldószer: oldjunk fel 5,84 g nátrium-kloridot (4.4.) és 1,1013 g 1-heptán-szulfonsav nátriumsó monohidrátot (4.2.) 100 ml vízben. Adjunk hozzá 900 ml metil-alkoholt (4.1.), és a pH-t jégecettel állítsuk be 3,5 értékre.

– II. oldószer: oldjunk fel 5,84 g nátrium-kloridot (4.4.) és 1,1013 g 1-heptán-szulfonsav nátriumsó monohidrátot (4.2.) 1 liter vízben, és a pH-t jégecettel állítsuk be 3,5 értékre.

4.6. Hexamidin diizotianát [$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$]

4.7. Dibró-m-hexamidin diizotianát [$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$]

4.8. Dibró-m-propamidin diizotianát [$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$]

4.9. Klór-hexidin diacetát [$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$]

4.10. Referencia oldatok: készítsünk 0,05%-os (m/v) oldatokat a négy tartósítószer (4.6-4.9.) mindegyikéből az I. oldószer segítségével.

4.11. 3,4,4'-triklór-karbanilid (triklokarbán)

4.12. 4,4'-Diklór-3-(trifluormetil)karbanilid (halokarbán)

5. Eszközök

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés

5.2. Nagynyomású folyadék-kromatográfia változtatható hullámhosszú ultraibolya detektorral

5.3. Analitikai oszlop: 30 cm hosszú, 4 mm belső átmérőjű rozsdamentes acél oszlop ì-Bondapack C₁₈ 10 ìm-es vagy ezzel megegyező töltetű.

5.4. Ultrahangos fürdő

6. Azonosítás

6.1. Mintaelőkészítés

Mérjünk be körülbelül 0,5 g mintát egy 10 ml-es mérőlombikba és töltsük fel a jelíg az I. oldószerrel (4.5.1.). Tegyük be a mérőlombikot az ultrahangos fürdőbe (5.4.) 10 percre.

Szűrjük vagy centrifugáljuk le az oldatot. Gyűjtsük össze a szűrletet vagy a felülúszó részt a kromatografáláshoz.

6.2. Kromatográfia

6.2.1. A mozgó fázis gradiense

Idő (perc)	I. oldószer (% v/v) (4.5.1.)	II. oldószer (% v/v) (4.5.2.)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

6.2.2. Állítsuk be a mozgó fázis (6.2.1.) áramlási sebességét 1,5 ml/min értékre, az oszlop hőmérsékletét pedig 35 °C-ra.

6.2.3. Állítsuk a detektor hullámhosszát 264 nm-re

6.2.4. Fecskendezzünk be 10 µl-t mindegyik referencia oldatból (4.10.), és vegyük fel a kromatogramokat.

6.2.5. Fecskendezzünk be 10 µl-t a mintaoldatból (6.1), és vegyük fel ennek kromatogramját.

6.3. Azonosítsuk, hogy hexamidin, dibrom-hexamidin, dibrom-propamidin vagy klór-hexidin ott van-e úgy, hogy a 6.2.5. pontban rögzített csúcs(ok) retenciós idejét(időit) hasonlítsuk össze a 6.2.4. pontban rögzített referencia oldatokéval.

7. Mennyiségi meghatározás

7.1. Standard oldatok elkészítése.

Belső standard oldatként egy olyan tartósítószer (4.6-4.9.) használjuk, amely nincs a mintában. Ha ez nem lehetséges, triklórbán (4.11.) vagy halokarbán (4.12.) használható.

7.1.1. A 6.3. pontban azonosított tartósítószer 0,05%-os (m/v) törzsoldata az I. oldószerben (4.5.1.).

7.1.2. A belső standardként választott tartósítószer 0,05%-os (m/v) törzsoldata az I. oldószerben (4.5.1.).

7.1.3. Mindegyik azonosított tartósítószerhez készítsünk négy standard oldatot úgy, hogy egy 10 ml-es mérőlombik sorozatba betöltsünk az alábbi táblázatban megadott mennyiségű törzsoldatot az azonosított tartósítószerből (7.1.1.) és megfelelő mennyiségű törzsoldatot a belső standardból (7.1.2.). Töltsük fel a lombikokat a jelleg az I. oldószerrel (4.5.1.), és keverjük meg őket.

Standard oldat	Belső standard törzsoldat	Azonosított tartósítószer törzsoldata	
	hozzáadott ml (7.1.2.)	hozzáadott ml (7.1.1.)	µg/ml *
I	1.0	0.5	25
II	1.0	1.0	50
III	1.0	1.5	75
IV	1.0	2.0	100

* Ezek az értékek példaként szerepelnek, és azonosított tartósítószer olyan standard oldatokban lévő koncentrációinak felelnek meg, amelyek pontosan 0,05% azonosított tartósítószer tartalmazó standard törzsoldatból készülnek.

7.2. Mintaelőkészítés

- 7.2.1. Mérjük be nagy pontossággal kb. 0,5 g (p gramm) mintát egy 10 ml-es mérőlombikba, adjunk hozzá 1,0 ml-t a belső standard oldatból (7.1.2.) és 6 ml oldószert (4.5.1.), majd keverjük össze.
- 7.2.2. Tegyük be a lombikot az ultrahangos fürdőbe (5.4.) 10 percre. Töltsük fel a jelig az I. oldószerral és keverjük meg. Centrifugáljuk le vagy szűrjük át egy hajtogatott szűrőpapíron. Gyűjtsük össze a szűrletet vagy a felülúszó részt (amit a konkrét eset határoz meg) a kromatografáláshoz.

7.3. Kromatográfia

- 7.3.1. Állítsuk be a mozgó fázis gradiensét, áramlási sebességét, az oszlop hőmérsékletét és a detektor hullámhosszát a HPLC készüléken (5.2.) olyan értékekre, mint amilyenekre az azonosítás szakaszában (6.2.1-6.2.3.) szükség volt.
- 7.3.2. Fecskendezzünk 10 µl mintaoldatot (7.2.2.), és mérjük meg a csúcsterületeket. Ismételjük meg ezt a folyamatot további 10 µl-es mintaoldattal és észletekkel addig, amíg ellentmondásmentes eredményeket kapunk. Számítsuk ki az elemezni kívánt vegyület csúcsának területe és a belső standard csúcsának területe közötti arányát.

7.4. Kalibrálás

- 7.4.1. Fecskendezzünk be minden standard oldatból (7.1.3) 10 µl-t és mérjük meg a csúcsterületeket.
- 7.4.2. Számítsuk ki minden standard oldatra (7.1.3.) a hexamidin, dibró-m-hexamidin, dibró-m-propamidin vagy klór-hexidin csúcsok területének és a belső standard csúcs területének arányát. Vigyük fel a kalibrációs görbe ordinátájára ezeket az arányokat, míg a belső standard oldatokban lévő azonosított tartósítószer megfelelő koncentrációit, mikrogramm/milliliter értékben, az abszcisszára.
- 7.4.3. A kalibrációs görbéről (7.4.2.) olvassuk le az azonosított tartósítószer 7.3.2. pontban számított csúcsterület arányának megfelelő koncentrációját.

8. Számítás

Számítsuk ki a minta hexamidin, dibró-m-hexamidin, dibró-m-propamidin vagy klór-hexidin tartalmát tömegszázalékban a következő képlet segítségével:

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

ahol:

p = a vizsgálati minta (7.2.1.) tömege grammban;

c = a mintaoldatban lévő tartósítószer koncentráció mikrogramm/milliliterben, a kalibrációs görbe alapján;

MW₁ = a jelen lévő tartósítószer alapformájának molekulásúlya;

és

MW₂ = a megfelelő só (lásd a 10. pont) molekulásúlya.

9. Megismételhetőség¹

0,1% (m/m) hexamidin-, dibró-m-hexamidin-, dibró-m-propamidin- vagy klór-hexidin-tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség értéke nem haladhatja meg a 0,005%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

10. A képlet szerinti súlyok táblázata

Hexamidin	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Hexamidin diizotianát	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	606,72
Hexamidin di-p-hidroxi-benzoát	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4$	630,71
Dibróm-hexamidin	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Dibróm-hexamidin diizotianát	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	764,51
Dibróm-propamidin	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$	470,18
Dibróm-propamidin diizotianát	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	722,43
Klór-hexidin	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$	505,45
Klór-hexidin diacetát	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$	625,56
Klór-hexidin diglukonát	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_6H_{12}O_2$	897,76
Klór-hexidin dihidroklorid	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$	578,37

(A 93/73/EGK irányelv alapján)

6. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A kozmetikai termékekben lévő benzoesav, 4-hidroxibenzoesav, szorbinsav, szalicilsav és propionsav, valamint hidrokinon, hidrokinon monometil-éter, hidrokinon monoetil-éter és hidrokinon monobenzil-éter azonosítására és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszerek

I. BENZOESAV, 4-HIDROXIBENZOESAV, SZORBINSAV, SZALICILSAV ÉS PROPIONSAV AZONOSÍTÁSA ÉS MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a kozmetikai termékekben lévő benzoesav, 4-hidroxibenzoesav, szorbinsav, szalicilsav és propionsav azonosítására és mennyiségi meghatározására alkalmas. Külön eljárások írják le ezeknek a tartósítószernek az azonosítását; a propionsav meghatározását; valamint a 4-hidroxibenzoesav, szalicilsav, szorbinsav és benzoesav meghatározását.

2. Fogalommeghatározás

Az e módszerrel meghatározott benzoesav, 4-hidroxibenzoesav, szalicilsav, szorbinsav és propionsav mennyiségét a szabad savak tömegszázalékában kifejezzük ki.

A. AZONOSÍTÁS

1. Alapelv

A tartósítószer sav/bázis kivonását követően a kivonatot vékonyréteg kromatográfiával (TLC) elemezzük, a derivatizációt a mérés napján végezzük el. Az eredményektől függően az azonosítást nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) erősítjük meg, vagy propionsav esetében gázkromatográfiával (GC).

2. Reagensok

2.1. Általános rész

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie. A felhasznált víznek desztillált víznek vagy legalább azzal egyenértékű tisztaságú víznek kell lennie.

2.2. Aceton

2.3. Dietil-éter

2.4. Acetonitril

2.5. Toluol

2.6. n-Hexán

2.7. Folyékony paraffin

2.8. 4 M-os sósav

2.9. Kálium-hidroxid 4 M-os vizes oldata

2.10. Kalcium-klorid, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

2.11. Lítium-karbonát, Li_2CO_3

2.12. 2-bróm-2'-acetonafon

2.13. 4-hidroxibenzoesav

2.14. Szalicilsav

- 2.15. Benzoesav
- 2.16. Szorbinsav
- 2.17. Propionsav
- 2.18. Referenciaoldatok
Készítsünk 0,1%-os (m/v) (100 mg/100 ml) oldatokat mind az öt tartósítószerből (2.13–2.17.) dietil-éterrel.
- 2.19. Derivatizáló reagens
2-bróm-2'-acetonafon (2.12.) 0,5%-os (m/v) acetonitriles oldata (2.4.) (50 mg/10 ml). Ezt az oldatot hetente kell készíteni, és hűtőszekrényben kell tárolni.
- 2.20. Katalizátor oldat
Lítium-karbonát (2.11) 0,3%-os vizes oldata (300 mg/100 ml). Ezt az oldatot frissen kell készíteni.
- 2.21. Futtató szer
Toluol (2.5.) / aceton (2.2.) (20:0,5 v/v)
- 2.22. Folyékony paraffin (2.7.) / n-hexán (2.6.) (1:2 v/v)

3. Eszközök

- Szokásos laboratóriumi felszerelés
- 3.1. 60 °C hőmérséklet tartására alkalmas vízfürdő
- 3.2. Előhívó kád
- 3.3. Ultraibolya fényforrás, 254 és 366 nm
- 3.4. Vékonyréteg lemezek, Kieselgel 60, fluorescens indikátor nélkül, 20 × 20 cm, rétegvastagság 0,25 mm, 2,5 × 20 cm-es koncentráló zónával (Merck 11845 vagy ezzel egyenértékű)
- 3.5. 10 l-es mikrofecskendő
- 3.6. 25 l-es mikrofecskendő
- 3.7. Maximum 105 °C hőmérséklet tartására alkalmas szárítószekrény
- 3.8. 50 ml-es üvegcsövek csavaros kupakkal
- 3.9. Szűrőpapír 90 mm átmérővel, Schleicher és Schull, 5892 Weissband vagy ezzel egyenértékű
- 3.10. Univerzális pH indikátorpapír, pH 1-11
- 3.11. 5 ml-es üveg mintatartó ampullák
- 3.12. Rotációs bepárló (Rotavapor vagy ezzel egyenértékű)
- 3.13. Főzőlap

4. Eljárás

- 4.1. Mintaelőkészítés
Mérjünk be hozzávetőlegesen 1 g mintát egy 50 ml-es csavaros kupakú üvegcsőbe (3.8.). Adjunk hozzá négy csepp 4 M-os sósavat (2.8.) és 40 ml acetont (2.2.). Erősen lúgos termékeknél, mint amilyen a mosdószappan, 20 csepp 4 M-os sósavat (2.8.) kell adagolni. Indikátorpapírral (3.10) ellenőrizzük, hogy a pH 2 körüli értékű legyen. Zárjuk le a csövet és rázzuk erősen egy percig.
Ha szükség van a tartósítószer acetonos fázisba történő egyszerűbb kivonásának elősegítésére, enyhén melegítsük a keveréket körülbelül 60 °C-ra, hogy a folyadékfázist beolvasszuk.
Hűtsük le az oldatot szobahőmérsékletre és szűrjük át szűrőpapíron (3.9.) egy Erlenmeyer lombikba.

Töltsünk 20 ml szűrletet 200 ml-es Erlenmeyer lombikba, adjunk hozzá 20 ml vizet és keverjük össze. 4 M-os kálium-hidroxiddal (2.9.) állítsuk be a keverék pH-ját körülbelül 10-es értékre úgy, hogy a pH mérésére indikátorpapírt (3.10.) használunk.

Adjunk hozzá 1 g kalcium-kloridot (2.10.) és rázzuk fel erősen. Szűrőpapíron (3.9) szűrjük át 250 ml-es Erlenmeyer lombikba, ami 75 ml dietil-étert (2.3.) tartalmaz és rázzuk erősen egy percig. Hagyjuk szétválni, és a vizes réteget vigyük át egy 250 ml-es Erlenmeyer lombikba. Öntsük el az éteres réteget. Indikátorpapír (3.10.) segítségével a vizes oldat pH-ját 4 M-os sósavval (2.8.) állítsuk be körülbelül pH 2-re. Adjunk hozzá 10 ml dietil-étert (2.3.), dugjuk be a lombikot és rázzuk erősen egy percig. Hagyjuk szétválni, és az éteres réteget töltsük át egy rotációs bepárlóba (3.12.). Öntsük ki a vizes réteget.

Párologtassuk az éteres réteget csaknem szárazra, és a maradékot újra oldjuk fel 1 ml dietil-éterben (2.3.). Töltsük az oldatot a mintatartó ampullába (3.11.).

4.2. Vékonyréteg kromatográfia

Minden kromatografálásra kerülő referencia- és mintaoldat esetében (3.5.) egy fecskendővel vigyünk fel hozzávetőlegesen 3 μ l lítium-karbonát oldatot (2.20.) a TLC lemez (3.4.) koncentrációs zónájának alapvonalára, egyenlő távolságokban és szárítsuk hideg levegőáramban.

Hogy a foltokat annyira kis területen tartsuk, amennyire csak lehet, tegyük át a TLC lemezt egy 40 °C-ra melegített főzőlapra (3.13.). Egy mikrofecskendővel (3.5.) vigyünk fel 10 μ l-t minden egyes referencia oldatból (2.18.) és mintaoldatból (4.1.) a lemez alapvonalára, pontosan azokra a foltokra, ahova a lítium-karbonát oldatot is felvittük.

Végül vigyünk fel körülbelül 15 μ l derivatizáló reagenst (2.19) (2-bromo-2-acetonafton oldat) megint pontosan azokra a foltokra, ahová a referencia- és mintaoldatokat és a lítium-karbonát oldatot is felvittük.

Tegyük a lemezt 80 °C-os szárítószekrénybe (3.7.) 45 percig. Lehűlés után – szűrőpapír bevonat használata nélkül – tegyük a lemezt egy olyan futtató kádba (3.2.), amelyet előtte 15 percig telítettünk a 2.21 futtató szerrel (toluol/aceton) és addig futtassuk, amíg az oldószer front 15 cm-es magasságig ér el (ez körülbelül 80 percet vesz igénybe).

Szárítsuk meg a lemezt hideg levegőáramban és vizsgáljuk meg a kapott foltokat UV fényben (3.3). A gyenge foltok fluoreszkálásának növelése érdekében a TLC lemezt be lehet mártani folyékony paraffin/ n-hexán keverékbe (2.22.).

5. Azonosítás

Határozzuk meg minden egyes folt R_f értékét. Hasonlítsuk össze a minták R_f értékét és az UV sugárzás alatti intenzitását a referencia oldatokéval.

Ezen adatok segítségével azonosíthatjuk a tartósítószeret, vagy következtethetünk jelenlétükre. Hajtsuk végre a B. fejezetben leírt HPLC vizsgálatot. Amennyiben propionsav jelenlétét tapasztaljuk, akkor a C. fejezetben leírt GC vizsgálatot végezzük el és hasonlítsuk össze a kapott retenciós időket a referencia oldatok retenciós időivel.

Vessük össze a TLC-vel, HPLC-vel vagy GC-vel kapott eredményeket és az összesített eredmények alapján véglegesen azonosítsuk a mintában jelen lévő tartósítószeret.

B. BENZOESAV, 4-HIDROXIBENZOESAV, SZORBINSAV ÉS SZALICILSAV MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA

1. Alapelv

Savanyítást követően a mintát etil-alkohol és víz elegyével kivonjuk. Szűrés után a tartósítószereket nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) határozzuk meg.

2. Reagensok

- 2.1. Minden reagensnek analitikai és HPLC- tisztaságúnak kell lennie ott, ahol ez szükséges. A felhasznált víznek desztillált víznek vagy legalább ezzel egyenértékű tisztaságú víznek kell lennie.
- 2.2. Abszolút etil-alkohol
- 2.3. 4-hidroxibenzoészav
- 2.4. Szalicilészav
- 2.5. Benzoészav
- 2.6. Szorbinsav
- 2.7. Nátrium-acetát ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- 2.8. Ecetsav (α)₄²⁰ = 1,05 g/ ml
- 2.9. Acetonitril
- 2.10. 2 M-os kénsav
- 2.11. Kálium-hidroxid 0,2 M-os vizes oldata
- 2.12. 2-metoxibenzoészav
- 2.13. Etil-alkohol/víz keverék
Keverjük össze kilenc térfogatrész etil-alkoholt (2.2.) és egy térfogatrész vizet (2.1.)
- 2.14. Belső standard oldat
Készítsünk egy olyan oldatot, ami hozzávetőlegesen 1 g 2-metoxibenzoészavat (2.12.) tartalmaz 500 ml etil-alkohol/víz elegyben (2.13.)
- 2.15. Mozgó fázis a HPLC-hez
- 2.15.1. Acetát puffer: 1 liter vízhez adjunk 6,35 g nátrium-acetátot (2.7.) és 20,0 ml ecetsavat, majd keverjük össze.
- 2.15.2. A mozgó fázist úgy készítjük el, hogy keverjük össze kilenc térfogatrész acetát puffert (2.15.1.) egy térfogatrész acetonitrillel (2.9.)
- 2.16. Tartósítószer törzsoldat
Pontosan mérjük be 0,05 g 4-hidroxibenzoészavat (2.3.), 0,2 g szalicilészavat (2.4.), 0,2 g benzoészavat (2.5.) és 0,05 g szorbinsavat (2.6.) egy 50 ml-es mérőlombikba és töltsük fel jelig etil-alkohol/víz eleggyel (2.13.). Tároljuk ezt az oldatot hűtőszekrényben. Az oldat egy hétig megfelelő.
- 2.17. Tartósítószeres standard oldata
Töltsünk 8,00; 4,00; 2,00; 1,00 és 0,50 ml törzsoldatot (2.16.) egy sorozat 20 ml-es mérőlombikba. Minden lombikba adjunk 10,00 ml belső standard oldatot (2.14.) és 0,5 ml 2 M-os kénsavat. Töltsük fel a jelig etilalkohol/víz eleggyel (2.13.). Ezeket az oldatokat frissen kell készíteni.

3. Eszközök

Szokásos laboratóriumi felszerelés, ha nincs külön meghatározva, valamint:

- 3.1. Vízfürdő 60 °C-ra beállítva
- 3.2. Nagynyomású folyadék-kromatográf változtatható hullámhosszú UV detektorral és 10 l-es befecskendező hurokkal

- 3.3. Analitikai oszlop
Rozsdamentes acél, 12,5-25 cm, belső átmérő 4,6 mm, Nucleosil 5C18-al vagy ezzel egyenértékű töltetű
- 3.4. 90 mm átmérőjű szűrőpapír, Schleicher és Schull, 5892 Weissband vagy ezzel egyenértékű
- 3.5. 50 ml-es üvegcsövek csavaros kupakkal
- 3.6. 5 ml-es üveg mintatartó ampullák
- 3.7. 2-4 mm méretű üveggyöngy, vagy homogenizálás céljára ezzel azonosanyag (pl. horzsakő)

4. Eljárás

4.1. Mintaelőkészítés

4.1.1. A minta előkészítése belső standard hozzáadása nélkül

Mérjük be 1 g-nyi mintát egy 50 ml-es csavaros fedelű üvegcsőbe (3.5.). Pipettával csepegtessünk 1,00 ml 2 M-os kénsavat (2.10.) és 40,0 ml etil-alkohol/víz elegyet (2.13.) a csőbe. Adjunk hozzá kb. 1 g üveggyöngyöt (3.7.), zárjuk le a csövet és rázzuk erősen legalább egy percig, míg homogén szuszpenziót nem kapunk. Ahhoz, hogy a tartósítószer az etanolos fázisbavaló kivonását elősegítsük, tegyük a csövet pontosan 5 percre 60 °C-os vízfürdőbe (3.1.).

Azonnal hűtsük le a csövet hideg vízáramban és tartsuk a kivonatot 5 °C-on egy órán keresztül. Majd szűrjük le szűrőpapíron (3.4.) keresztül. Töltsünk át körülbelül 2 ml kivonatot egy mintatartó ampullába (3.6.) és tartsuk 5 °C-on. A HPLC-s meghatározást 24 órán belül végezzük el.

4.1.2. A minta előkészítése belső standard hozzáadásával

Mérjük be három tizedes pontossággal $1 \pm 0,1$ g mintát egy 50 ml-es csavaros fedelű üvegcsőbe (3.5.). Pipettával adjunk hozzá 1,00 ml 2 M-os kénsavat (2.10.) és 30,0 ml etil-alkohol/víz elegyet (2.13.). Adjunk hozzá körülbelül 1 g üveggyöngyöt (3.7.) és 10,00 ml belső standard oldatot (2.14.). Zárjuk le a csövet és rázzuk erősen legalább egy percig, amíg homogén szuszpenziót nem kapunk. Ahhoz, hogy elősegítsük a tartósítószer kivonását az etanolos fázisba, tegyük a csövet pontosan 5 percre 60 °C-os vízfürdőbe (3.1.).

Azonnal hűtsük le a csövet hideg vízáramban, és tartsuk a kivonatot 5 °C-on egy órán keresztül. Majd szűrjük le szűrőpapíron (3.4.) keresztül. Töltsünk át körülbelül 2 ml kivonatot egy mintatartó ampullába (3.6.) és tartsuk 5 °C-on. A HPLC-s meghatározást 24 órán belül végezzük el.

4.2. Nagynyomású folyadék-kromatográfia

Mozgó fázis: acetonitril/acetát puffer (2.15.)

Az oszlopon átáramló mozgó fázis áramlási sebességét állítsuk be $2,0 \pm 0,5$ ml/perc értékre. A detektor hullámhosszát állítsuk 240 nm-re.

4.2.1. Kalibrálás

Minden tartósítószer standard oldatból (2.17.) fecskendezzünk 10-10 μ l-t a folyadék-kromatográfiás készülékbe (3.2.). A kromatogramokból minden oldatra határozzuk meg a vizsgált tartósítószer csúcsmagasságának a belső standard csúcsmagasságához viszonyított arányát. Az egyes tartósítószerekhez tartozó csúcsmagasságok arányát ábrázoljuk az egyes standard oldatok koncentrációjának függvényében.

Győződünk meg arról, hogy a kalibrációs eljárás során lineáris görbét kaptunk a standard oldatokra vonatkoztatva.

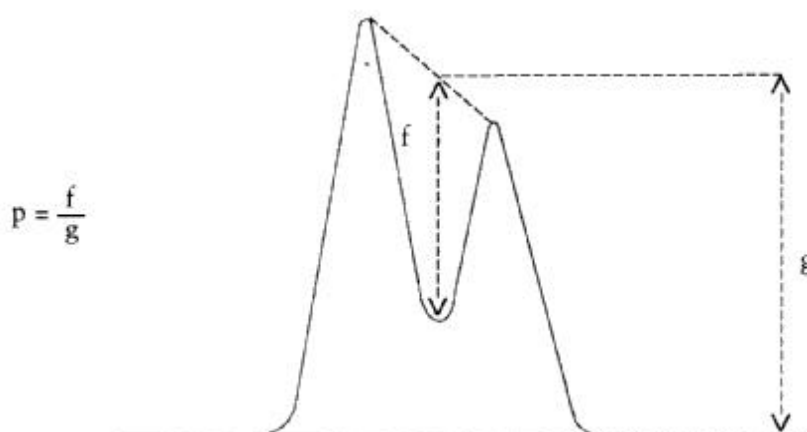
4.2.2. Mennyiségi meghatározás

Fecskendezzünk 10 ñl minta kivonatot (4.1.1.) a folyadék-kromatográfiás készülékbe (3.2.), és vegyük fel a kromatogramot. Fecskendezzünk 10 ñl tartósítószer standard oldatot (2.1.7.), és vegyük fel a kromatogramot. Hasonlítsuk össze a kapott kromatogramokat. Ha a 2-metoxibenzoésavéval (ajánlott belső standard) nagyjából megegyező retenciós időnél a minta kivonatot (4.1.1.) kromatogramján úgy tűnik, hogy nincs csúcs, akkor fecskendezzünk 10 ñl belső standarddal ellátott minta kivonatot (4.1.2.) a folyadék-kromatográfiás készülékbe, és vegyük fel a kromatogramot.

Ha a 2-metoxibenzoésavéval nagyjából megegyező retenciós időnél zavaró csúcsot találunk a minta kivonatot (4.1.1.) kromatogramján, akkor egy másik megfelelő belső standardot kell választani. (Ha a vizsgált tartósítószer egyik hiányzik a kromatogramról, akkor ez a tartósítószer használható fel belső standardként.)

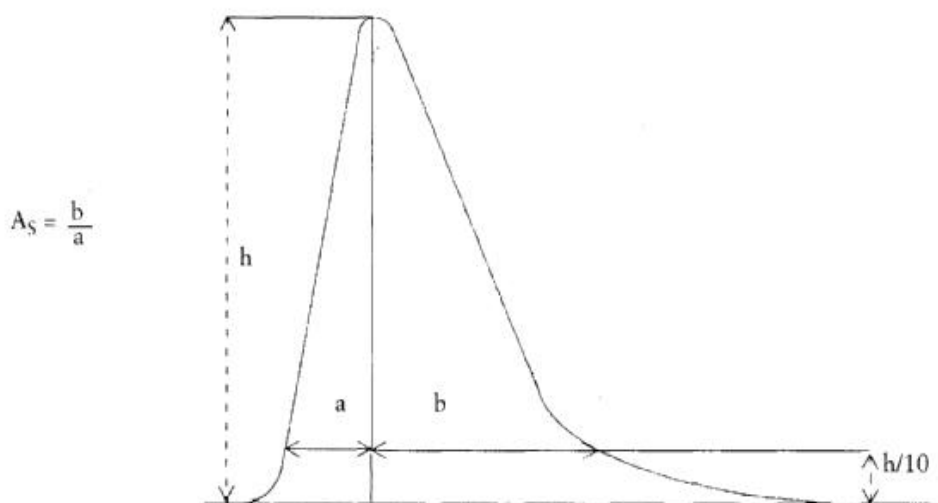
Győződjünk meg arról, hogy a standard oldatra és a mintaoldatra kapott kromatogramok kielégítik a következő elvárásokat:

- A csúcscsétválásánál a leggyengébben szétvált párnak legalább 0,90-nek kell lennie. (A csúcscsétválás definícióját lásd az 1. ábrán).



1. ábra: Csúcscsétválás

- Ha a szükséges szétválást nem értük el, akkor vagy egy hatékonyabb oszlopot kell használni, vagy a mozgó fázis összetételét addig kell változtatni, amíg a csúcs szétválása megfelelő nem lesz.
- Minden kapott csúcs A_s aszimmetria faktorának a 0,9–1,5 közötti tartományban kell lennie. (A csúcscsétválás-faktor definícióját lásd a 2. ábrán). Az aszimmetria-faktor meghatározására szolgáló kromatogram felvételéhez legalább 2 cm/perc papíradagolási sebesség ajánlott.
- Stabil alapvonalat kell kapnunk



2. ábra: Csúcsaszimmetria-faktor

5. Számítás

A mintaoldatban lévő tartósítószer koncentrációjának kiszámításához használjuk a vizsgált tartósítószer csúcsmagasságának a 2-metoxibenzoészav (belső standard) csúcsmagasságához viszonyított arányait és a kalibrációs görbét. A következő képlet segítségével számítsuk ki a minta benzoészav, 4-hidroxibenzoészav, szorbinsav vagy szalicilsav tartalmát tömegszázalékban (x_i):

$$x_i \% (m/m) = \frac{100 \cdot 20 \cdot b}{10^6 \cdot a} = \frac{b}{500} \cdot a,$$

ahol:

a = a vizsgálati minta (4.1.2.) tömege (g),

b = a kivont mintában (4.1.2.) lévő tartósítószer koncentráció (g/ml) a kalibrációs görbe alapján.

6. Megismételhetőség¹

0,40% 4-hidroxibenzoészav tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,035%-ot.

0,50% benzoészav tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredménye közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,050%-ot.

0,50% szalicilsav tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás eredménye közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,045%-ot.

0,60% szorbinsav tartalom esetén azonos mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,035%-ot.

7. Megjegyzések

7.1. A módszerrel végzett vizsgálat eredményeinek egyenetlensége azt jelzi, hogy a mintából történő savas kivonásnál az adagolt kénsav mennyiségét az előírt határokon belül kell tartani, a kritikus és a feldolgozott minta mennyiségére vonatkoztatva

7.2. Ha szükséges egy megfelelő védőoszlop (előtét oszlop) is használható.

¹ ISO 5725

C. PROPIONSAV MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁSA**1. Cél és alkalmazási terület**

Ez a módszer a kozmetikai termékekben legfeljebb 2% (m/m) koncentrációban jelen lévő propionsav meghatározására alkalmas.

2. Fogalommeghatározás

Az e módszerrel mért propionsav koncentrációt a termék tömegszázalékában (% m/m) fejezzük ki.

3. Alapelv

A propionsavnak a termékből történt savas kivonását követően a meghatározást gázkromatográfiával végezzük 2-metilpropionsav belső standard felhasználásával.

4. Reagensek

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie; desztillált vizet vagy ennek megfelelő minőségű vizet kell alkalmazni.

4.1. Etil-alkohol, 96%-os (v/v)

4.2. Propionsav

4.3. 2-metil-propionsav

4.4. Ortofoszforsav, 10%-os (m/v)

4.5. Propionsav oldat

Pontosan mérjük be körülbelül 1,00 g (pgramm)propionsavat egy 50 ml-es mérőlombikba és töltjük fel a jelig etil-alkohollal (4.1.).

4.6. Belső standard oldat

Pontosan mérjük be mintegy 1,00 g (e gramm) 2-metilpropionsavat egy 50 ml-es mérőlombikba, és töltjük fel jelig etil-alkohollal (4.1.).

5. Eszközök

5.1. Normál laboratóriumi berendezések és:

5.2. Lángionizációs detektorral felszerelt gázkromatográf

5.3. Üvegcső (20 × 150 mm) csavaros kupakkal

5.4. Vízfürdő, 60 °C-os

5.5. 10 ml-es üvegfecskendő szűrőmembránnal (pórus átmérő: 0,45 μm)

6. Eljárás

6.1. Mintaelőkészítés

6.1.1. A minta előkészítése belső standard hozzáadása nélkül

Mérjük be mintegy 1 g-nyi (a gramm) mintát egy üvegcsőbe (5.3.). Adjunk hozzá 0,5 ml foszforsavat (4.4.) és 9,5 ml etil-alkoholt (4.1.).

Zárjuk le a csövet és erősen rázzuk fel. Ha szükséges, tegyük a csövet 60 °C-ra melegített vízfürdőbe (5.4.) 5 percre, a lipid fázis teljes feloldódása érdekében. Gyorsan hűtsük le vízszög alatt. Az oldat egy részét szűrjük le membránszűrőn (5.5.). A szűrletet ugyanazon a napon kromatografáljuk.

6.1.2. A minta előkészítése belső standard hozzáadásával

Mérjük be 1±0,1 g (a gramm) mintát három tizedes pontossággal egy üvegcsőbe (5.3.). Adjunk hozzá 0,5 ml foszforsavat (4.4.), 0,50 ml belső standard oldatot (4.6.) és 9 ml etil-alkoholt (4.1.).

Zárjuk le a csövet és erősen rázzuk fel. Ha szükséges, tegyük a csövet 60 °C-ra melegített vízfürdőbe (5.4.) 5 percre, a lipid fázis teljes feloldódása érdekében. Gyorsan hűtsük le

vízszugár alatt. Az oldat egy részét szűrjük le membránszűrőn (5.5.). A szűrletet ugyanazon a napon kromatografáljuk.

6.2. A gázkromatográfia körülményei

A következő üzemeltetési körülmények ajánlottak:

Oszlop

Típus:	rozsdamentes acél
Hossz	2 m
Átmérő	1/8"
Töltet	10% SP™ 1000 (vagy ezzel egyenértékű) + 1% H ₃ PO ₄ Kromoszorb WAW tölteten, szemcseméret: 100-120 mesh

Hőmérséklet

Injektor	200 °C
Oszlop	120 °C
Detektor	200 °C
Vivőgáz	nitrogén
Ára mlási sebesség	25 ml/perc

6.3. Kromatográfia

6.3.1. Kalibrálás

Pipettával csepegtessünk egy 20 ml-es mérőlombik sorozatba 0,25; 0,50; 1,00; 2,00 és 4,00 ml propionsav oldatot (4.5.). Mindegyik mérőlombikba pipettával csepegtessünk 1,00 ml belső standard oldatot (4.6.); töltsük fel őket a jelig etil-alkohollal (4.1.) és keverjük össze. Az így készített oldatok tartalmaznak „e” mg/ ml 2-metilpropionsavat, mint belső standardot (azaz 1 mg/ ml-t ha e= 1000) és p/4, p/2, p, 2p, 4p mg/ ml propionsavat (azaz 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00 mg/ ml-t ha p=1000).

Fecskendezzünk mindegyik oldatból 1 ñl-t és vegyük fel a kalibrációs görbét úgy, hogy a propionsav/2-metilpropionsav tömegének arányát az x-tengelyen, míg a megfelelő csúcsterületeket az y-tengelyen ábrázoljuk.

Minden oldattal végezzünk három befecskendezést, és számítsuk ki az átlagos csúcsterület arányt.

6.3.2. Mennyiségi meghatározás

Fecskendezzünk 1 ñl minta szűrletet (6.1.1.). Hasonlítsuk össze a kromatogramot a standard oldatok (6.3.1.) kromatogramjaival. Ha a csúcsnak hozzávetőlegesen ugyanaz a retenciós ideje mint a 2-metilpropionsavé, akkor váltsunk belső standardot. Ha zavaró hatást nem tapasztalunk, fecskendezzünk 1 ñl minta szűrletet (6.1.2.), és mérjük meg a propionsav csúcsterületét, illetve a belső standard csúcsterületét.

Minden oldattal végezzünk három-három befecskendezést és számítsuk ki az átlagos csúcsterület arányt.

7. Számítás

7.1. A 6.3.1. pontban felvett kalibrációs görbéről olvassuk le a 6.3.2. pontban kiszámított csúcsterület aránynak megfelelő tömegarányt (K).

- 7.2. Az így kapott tömegarányból számítsuk ki a minta propionsav tartalmát (X) tömegszázalékban a következő képlet segítségével:

$$x\%(m/m) = K \frac{0,5 \cdot 100 \cdot e}{50 \cdot a} = K \frac{e}{a},$$

ahol:

K = a 7.1. pontban kiszámított arány,

e = a 4.6. pontban bemért belső standard tömege grammban,

a = a 6.1.2. pontban bemért vizsgálati minta tömege grammban.

Az eredményeket kerekítsük fel egy tizedes értékre.

8. Megismételhetőség¹

2% propionsav tartalom esetén az ugyanazon a mintán párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség értéke nem haladhatja meg a 0,12% -ot.

II. HIDROKINON, HIDROKINON MONOMETIL-ÉTER, HIDROKINON MONOETIL-ÉTER ÉS HIDROKINON MONOBENZIL-ÉTER AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a bőrt világosító kozmetikai termékekben lévő hidrokinon, hidrokinon monometil-éter, hidrokinon monoetil-éter és hidrokinon monobenzil-éter (monobenzon) kimutatását és azonosítását írja le.

2. Eljárás

A hidrokinont és étereit vékonyréteg kromatográfiával (TLC) azonosítjuk.

3. Reagensok

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

- 3.1. Etil-alkohol, 96%-os (v/v)
- 3.2. Kloroform
- 3.3. Dietil-éter
- 3.4. Futtató oldat:
Kloroform / Dietil-éter, 66:33 (v/v)
- 3.5. Ammónia, 25%-os (m/m) ($d_4^{20} = 0,91$ g/ ml)
- 3.6. Aszkorbinsav
- 3.7. Hidrokinon
- 3.8. Hidrokinon monometil-éter
- 3.9. Hidrokinon monoetil-éter
- 3.10. Hidrokinon monobenzil-éter (monobenzon)
- 3.11. Referencia oldatok

A következő referencia oldatokat frissen kell elkészíteni és egy napig stabilak.

¹ ISO 5725 szabvány szerint

- 3.11.1. Mérjük be 0,05 g hidrokinont (3.7.) egy 10 ml-es, osztással ellátott kémcsőbe. Adjunk hozzá 0,250 g aszkorbinsavat (3.6.) és 5 ml etil-alkoholt (3.1.). Adjunk hozzá ammóniát (3.5.) addig, amíg a pH értéke 10 lesz, és töltsük fel 10 ml térfogatra etil-alkohollal (3.1.).
- 3.11.2. Mérjük be 0,05 g hidrokinon monometil-étert (3.8.) egy 10 ml-es, osztással ellátott vizsgálócsőbe. Adjunk hozzá 0,250 g aszkorbinsavat (3.6.) és 5 ml etilalkoholt (3.1.). Adjunk hozzá ammóniát (3.5.) addig, amíg a pH értéke 10 lesz és töltsük fel 10 ml térfogatra etilalkohollal (3.1.).
- 3.11.3. Mérjük be 0,05 g hidrokinon monoetil-étert (3.9.) egy 10 ml-es, osztással ellátott vizsgálócsőbe. Adjunk hozzá 0,250 g aszkorbinsavat (3.6.) és 5 ml etilalkoholt (3.1.). Adjunk hozzá ammóniát (3.5.) addig, amíg a pH értéke 10 lesz, és töltsük fel 10 ml térfogatra etilalkohollal (3.1.).
- 3.11.4. Mérjük be 0,05 g hidrokinon monobenzil-étert (3.10.) egy 10 ml-es, osztással ellátott kémcsőbe. Adjunk hozzá 0,250 g aszkorbinsavat (3.6.) és 5 ml etilalkoholt (3.1.). Adjunk hozzá ammóniát (3.5.) addig, amíg a pH értéke 10 lesz és töltsük fel 10 ml térfogatra etilalkohollal (3.1.).
- 3.12. Ezüst-nitrát
- 3.13. 12-molibdo-foszfát
- 3.14. Kálium-ferricianid hexahidrát
- 3.15. Ferriklorid hexahidrát
- 3.16. Aeroszolos előhívószerek
- 3.16.1. Egy 5%-os (m/v) ezüst-nitrát vizes oldathoz (3.12.) adjunk ammóniát (3.5.) addig, amíg a keletkezett csapadék feloldódik.
Vigyázat: az oldat állás közben robbanásszerűen instabillá válik, és használat után ki kell önteni.
- 3.16.2. 10%-os (m/v) 12-molibdo-foszfát (3.13.) etil-alkoholos (3.1.) oldata.
- 3.16.3. Készítsünk egy 1%-os (m/v) kálium-ferricianid (3.14.) vizes oldatot és egy 2%-os (m/v) ferriklorid (3.15.) vizes oldatot. Közvetlenül felhasználás előtt keverjük össze azonos mennyiséget a két oldatból.

4. Eszközök

Szokásos laboratóriumi felszerelés

- 4.1. Szokásos TLC berendezés
- 4.2. Készgyártmányú TLC lemezek; szilikagél GHR/UV₂₅₄; 20x20 cm (Macgery, Nagel vagy ezzel egyenértékű)
- 4.3. Ultrahangos fürdő
- 4.4. Centrifuga
- 4.5. UV lámpa, 254 nm

5. Eljárás

5.1. Mintaelőkészítés

Mérjük be 3,0 g mintát egy 10 ml-es, osztással ellátott kémcsőbe (3.8.). Adjunk hozzá 0,250 g aszkorbinsavat (3.6.) és 5 ml etil-alkoholt (3.1.). Állítsuk be az oldat pH-ját 10-re ammónia-oldattal (3.6.). Töltsük fel 10 ml-re etil-alkohollal (3.1.). Dugóval zárjuk le a csövet és homogenizáljuk ultrahangos fürdőben 10 percig. Szűrjük át egy szűrőpapíron vagy centrifugáljuk le 3000-es fordulatszámra.

5.2. TLC

- 5.2.1. Töltsük fel a kromatográfiás kádat futtató oldattal (3.4.).

- 5.2.2. Vigyünk fel a lemezre 2 μ l referencia oldatot (3.11.) és 2 μ l mintaoldatot (5.1.). A futtatást sötétben végezzük szobahőmérsékleten addig, amíg az oldószer front 15 cm-re eltávolodik az alapvonaltól.
- 5.2.3. Vegyük ki a lemezt, és szobahőmérsékleten hagyjuk száradni.
- 5.3. Előhívás
- 5.3.1. Vizsgáljuk meg a lemezt UV fény alatt 254 nm-en, és jelöljük meg a foltokat.
- 5.3.2. Permetezzük le a lemezt a következő anyagokkal:
- ezüst-nitrát reagens (3.16.1.), vagy
 - 12-molibdo-foszforsav (3.16.2.); melegítsük fel hozzávetőlegesen 120 °C-ra, vagy
 - kálium-ferricianid oldat és ferriklorid oldat (3.16.3.)

6. Azonosítás

Számítsuk ki az R_f értéket minden egyes foltra.

Hasonlítsuk össze a mintára kapott foltokat a referencia oldatokra kapott foltokkal a következő szempontok szerint; R_f értékek, a foltok színe az UV sugárzás alatt; valamint a foltok színe a permetező reagenssel végzett előhívás után.

Végezzük el a következő B szakaszban leírt HPLC vizsgálatot, és hasonlítsuk össze a minta csúcs(ok)ra kapott retenciós időket a referencia oldatokra kapottakkal.

Vessük össze a TLC és a HPLC vizsgálatok eredményeit, hogy azonosítsuk a hidrokinont és/vagy annak étereit.

7. Megjegyzések

A leírt körülmények között a következő R_f értékek adódnak:

hidrokinon:	0,32
hidrokinon monometil-éter:	0,53
hidrokinon monoetil-éter:	0,55
hidrokinon monobenzil-éter:	0,58

B. MEGHATÁROZÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer a bőrt világosító, a kozmetikai termékekben lévő hidrokinon, hidrokinon monometil-éter, hidrokinon monoetil-éter és hidrokinon monobenzil-éter (monobenzon) meghatározására állapít meg eljárást.

2. Eljárás

A mintát víz/metilalkohol eleggyel kivonjuk enyhe melegítés közben, hogy a lipid anyagok megolvadjanak. Az elemzett komponensek meghatározását az így kapott oldatból fordított fázisú folyadék-kromatográfiával, UV detektálással végezzük.

3. Reagensek

- 3.1. Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie. A felhasznált víznek desztillált víznek vagy legalább ezzel megegyező tisztaságú víznek kell lennie.
- 3.2. Metil-alkohol
- 3.3. Hidrokinon
- 3.4. Hidrokinon monometil-éter
- 3.5. Hidrokinon monoetil-éter
- 3.6. Hidrokinon monobenzil-éter (monobenzon)

- 3.7. Tetrahidrofurán, HPLC minőségű
- 3.8. Víz/metil-alkohol elegy 1:1 (v/v). Elegyítsünk egy térfogatrész vizet és egy térfogatrész metil-alkoholt (3.2.)
- 3.9. Mozgó fázis: tetrahidrofurán/ víz elegy 45:55 (v/v). Elegyítsünk 45 térfogatrész tetrahidrofuránt (3.7.) 55 térfogatrész vízzel
- 3.10. Referencia oldat
Mérjünk be 0,06 g hidrokinont (3.3.), 0,08 g hidrokinon monometil-étert (3.4.), 0,10 g hidrokinon monoetil-étert (3.5.) és 0,12 g hidrokinon monobenzil-étert (3.6.) egy 50 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel és töltsük jelig metilalkohollal (3.2.). Készítsünk referencia oldatot úgy, hogy ebből az oldatból 10,00 ml-t hígítunk fel 50,00 ml-re víz/etilalkohol eleggyel (3.8.). Ezeket az oldatokat frissen kell elkészíteni.

4. Eszközök

Szokásos laboratóriumi felszerelés, és:

- 4.1. 60 °C-os hőmérséklet tartására megfelelő vízfürdő
- 4.2. Nagynyomású folyadék-kromatográf változtatható hullámhosszú UV detektorral és 10 ñl-es fecskendező hurokkal
- 4.3. Analitikai oszlop
Rozsdamentes acél, 250 mm hosszú, belső átmérő 4,6 mm, Zorbax fenil-lel (Zorbax SIL-en kémiaileg megkötött fenetil-szilán, a végén trimetilklór-szilánnal bedugaszolva) töltve, szemcsemérete 6 ñm, vagy ezzel egyenértékű. Ne használjunk védőoszlopot, kivéve feniles védőoszlopot vagy ezzel egyenértékűt.
- 4.4. Szűrőpapír, 90 mm átmérőjű, Schleicher és Schull, Weissband 5892 vagy ezzel egyenértékű

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés
Mérjünk be három tizedes pontossággal $1 \pm 0,1$ g-nyi (a gramm) mintát egy 50 ml-es mérőlombikba. Diszpergáljuk a mintát 25 ml víz/metilalkohol elegyben (3.8.). Zárjuk le a lombikot és rázzuk erősen addig, amíg homogén szuszpenziót kapunk. Legalább egy percig rázzuk. Tegyük a lombikot vízfürdőbe (4.1.) és tartsuk 60 °C-on, hogy elősegítsük az kivonást. Hűtsük le a lombikot és töltsük fel jelig víz/metilalkohol eleggyel (3.8.). Szűrőpapíron (4.4.) keresztül szűrjük le a kivonatot. Az kivonat elkészítésétől számított 24 órán belül végezzük el a HPLC-s meghatározást.
- 5.2. Nagynyomású folyadék-kromatográfia
 - 5.2.1. A mozgó fázis (3.9.) ára mlási sebességét 1,0 ml/perc értékre, a detektor hullámhosszát 295 nm-re állítsuk be.
 - 5.2.2. Fecskendezzünk az 5.1. pontban leírtak szerinti 10 ñl mintaoldatot, és rögzítsük a kromatogramot. Mérjük meg a csúcsterületeket és az 5.2.3. pontban leírtak szerint végezzük el a kalibrálást. Hasonlítsuk össze a minta és a standard oldatokra kapott kromatogramokat. A csúcsterületeket és az 5.2.3. pontban kiszámolt arányossági tényezőket (RF) használjuk arra, hogy kiszámítsuk a mintaoldat komponenseinek koncentrációját.
 - 5.2.3. Kalibrálás
Fecskendezzünk 10 ñl referencia oldatot (3.10.) és rögzítsük a kromatogramot. Fecskendezzünk még néhányszor addig, amíg állandó csúcsterületet kapunk. Határozzuk meg a arányossági tényezőt: RF_i

$$RF_i = \frac{p_i}{c_i},$$

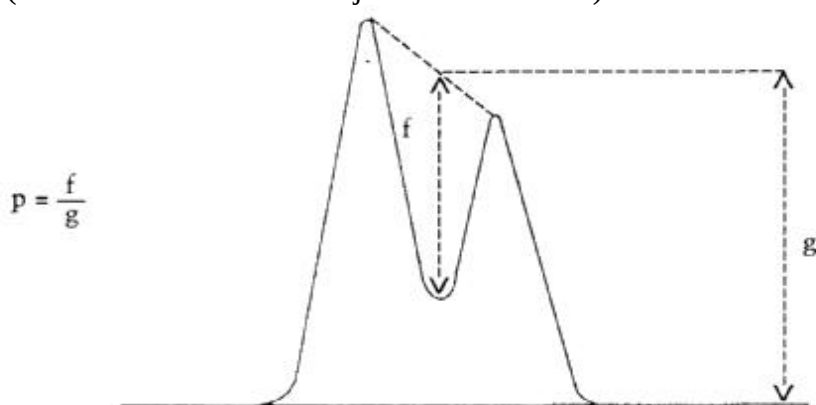
ahol:

p_i = a hidrokinon, hidrokinon monometil-éter, hidrokinon monoetil-éter vagy hidrokinon monobenzil-éter csúcsterülete, és

c_i = a hidrokinon, hidrokinon monometil-éter, hidrokinon monoetil-éter vagy hidrokinon monobenzil-éter referencia oldatainak (3.10.) koncentrációja (g/50 ml).

Győződjünk meg arról, hogy a standard oldatra és a mintaoldatra kapott kromatogramok kielégítik a következő elvárásokat:

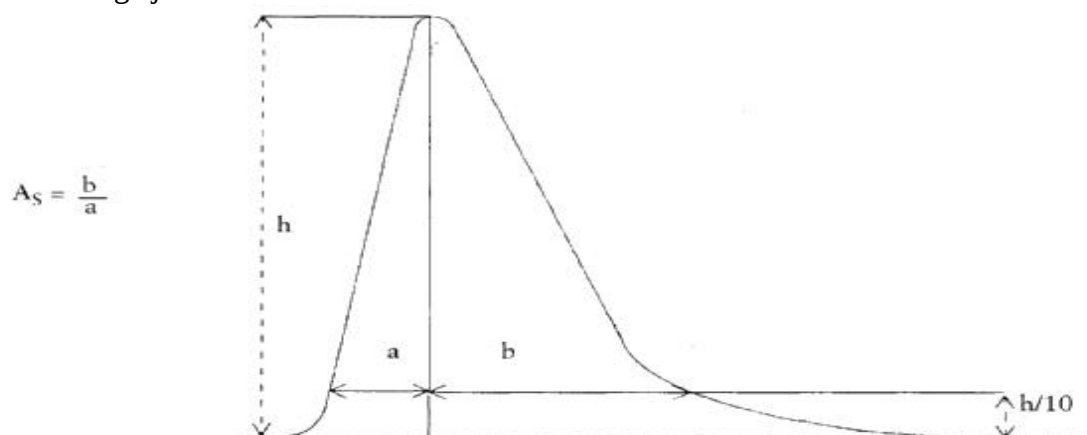
- A csúcsszétfálásnál leggyengébben szétfált párnak legalább 0,90-nek kell lennie. (A csúcsszétfálás definícióját lásd az 1. ábrán).



1. ábra: Csúcsszétfálás

Ha a szükséges szétfálást nem értük el, akkor vagy egy hatékonyabb oszlopot kell használni, vagy a mozgó fázis összetételét kell állítgatni addig, amíg a csúcs szétfálása nem lesz megfelelő.

- Minden kapott csúcs A_s aszimmetria faktorának a 0,9-1,5 közötti tartományban kell lennie. (A csúcsaszimmetria-faktor definícióját lásd a 2. ábrán). Az aszimmetria-faktor meghatározására szolgáló kromatogram felvételéhez legalább 2 cm/perc papíradagolási sebesség ajánlott.



2. ábra: Csúcsaszimmetria faktora

- Stabil alapvonalat kell kapnunk.

6. Számítás

A mintában lévő elemzett komponensek koncentrációinak kiszámítására használjuk a komponensek csúcsterületeit. A minta komponenseinek koncentrációja tömegszázalékban (x_i) a következő képlet segítségével számítható ki:

$$x_i \text{ \% (m/m)} = \frac{b_i \cdot 100}{RF_i \cdot a},$$

ahol:

a = a vizsgált minta tömege (g),

b_i = az i -edik komponens csúcsterülete a mintában.

7. Megismételhetőség¹

- 7.1. 2,0% hidrokinon tartalom esetén ugyanazon a mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,13%-ot.
- 7.2. 1,0% hidrokinon monometil-éter tartalom esetén az ugyanazon a mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,1%-ot.
- 7.3. 1,0% hidrokinon monoetil-éter tartalom esetén az ugyanazon a mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,11%-ot.
- 7.4. 1,0% hidrokinon monobenzil-éter tartalom esetén ugyanazon a mintán, párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,11%-ot.

8. Reprodukálhatóság²

- 8.1. 2,0% hidrokinon-tartalom esetén ugyanazon a mintán, különböző körülmények között (különböző laboratóriumokban, különböző munkatársakkal, különböző készülékekkel és/vagy különböző időpontban), párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,37%-ot.
- 8.2. 1,0% hidrokinon monometil-éter tartalom esetén ugyanazon a mintán, különböző körülmények között (különböző laboratóriumokban, különböző munkatársakkal, különböző készülékekkel és/vagy különböző időpontban), párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,21%-ot.
- 8.3. 1,0% hidrokinon monoetil-éter tartalom esetén ugyanazon a mintán, különböző körülmények között (különböző laboratóriumokban, különböző munkatársakkal, különböző készülékekkel és/vagy különböző időpontban), párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,19%-ot.
- 8.4. 1,0% hidrokinon monobenzil-éter tartalom esetén ugyanazon a mintán, különböző körülmények között (különböző laboratóriumokban, különböző munkatársakkal, különböző készülékekkel és/vagy különböző időpontban), párhuzamosan végzett két mennyiségi meghatározás közötti különbség abszolút értéke nem haladhatja meg a 0,11%-ot.

¹ ISO 5725 szabvány szerint.

² ISO 5725 szabvány szerint.

9. Megjegyzések

- 9.1. Ha a kapott hidrokinon tartalom sokkal magasabb 2%-nál, és a pontos meghatározására van szükség, akkor a minta kivonatát (5.1.) hasonló koncentrációra kell hígítani, mint amelyet egy 2% hidrokinon tartalmú mintára kapnánk. A meghatározást ennek megfelelően meg kell ismételni.

(Néhány műszer esetében a magas hidrokinon koncentrációknál, az abszorbancia kívül eshet a detektor lineáris tartományán.)

- 9.2. Zavaró hatások

A fent leírt módszer a hidrokinon és étereinek meghatározását teszi lehetővé egyetlen, izokratikus előhívással. A feniloszlop használata biztosítja a hidrokinon megfelelő visszatartását. Ha a leírt mozgó fázissal C18 oszlopot használunk, akkor ez nem garantálható.

Ugyanakkor ennél a módszernél előfordulhat, hogy más vegyületektől eredő hatások zavarják. Ilyen esetekben a meghatározást egy másik mozgó fázis/álló fázis rendszerrel kell megismételni. Megfelelő módszerek találhatók az 1. és 2. lábjegyzetben, azaz:

Oszlop: Zorbax ODS, 4,6 mm × 25 mm, vagy ezzel egyenértékű;

hőmérséklet: 36 °C

áramlási sebesség: 1,5 ml/perc

mozgó fázis:

hidrokinonhoz: metilal-kohol/víz 5/95 (V/V)

hidrokinon monometil-éterhez: metil-alkohol/víz 30/70 (V/V)

hidrokinon monobenzil-éterhez: metil-alkohol/víz 80/20 (V/V)¹.

Oszlop: Spherisorb S5-ODS, vagy ezzel egyenértékű:

mozgó fázis: víz/metilalkohol 90/10 (V/V)

áramlási sebesség: 1,5 ml/perc.

Ezek a feltételek hidrokinon meghatározáshoz megfelelőek².

(A 95/32/EK irányelv alapján)

¹ M. Herpol-Borremans et M.-O. Masse, Identification et dosage de l'hydroquinone et de ses éthers méthylique et benzylique dans les produits cosmétiques pour blanchir la peau. *Int. J. Cosmet.Sci.* 8-203-214 (1986).

² J. Firth and Rix, Determination of hydroquinone in skin toning creams, *Analyst* (1986), 111, 129.o.

7. számú melléklet a 6/2004. (II. 10.) ESZCSM rendelethez

A kozmetikai termékekben lévő 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropán-2-ol, metil-, etil-, propil-, butil- és benzil-4-hidroxibenzoát azonosítása és mennyiségi meghatározására vonatkozó vizsgálati módszerek

**2-FENOXIETANOL, 1-FENOXIPROPÁN-2-OL, METIL-, ETIL-, PROPIL-, BUTIL- ÉS BENZIL-4-HIDROXIBENZOÁT AZONOSÍTÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA
KOZMETIKAI TERMÉKEKBEN**

A. AZONOSÍTÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer egy vékonyréteg-kromatográfiás (TLC) eljárás, amely a B. szakaszban leírt vizsgálati módszerrel együttesen lehetővé teszi a 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropán-2-ol, metil-, etil-, propil-, butil- és benzil-4-hidroxibenzoát azonosítását a kozmetikai termékekben.

2. A módszer alapelve

A tartósítószeret acetonnal vonjuk ki a megsavanyított vizsgálati mintából. Szûrés után az acetonos oldatot vízzel elegyítjük, és lúgos közegben a zsírsavakat kalcium sóik formájában csapadékként leválasztjuk. A lúgos aceton/víz elegyből dietil-éterrel kivonjuk a lipofil anyagokat. Savanyítás után a tartósítószeret dietil-éterrel kivonjuk. A dietil-éteres kivonat egy részét szilikagéllal bevont vékonyréteg lemezre cseppentjük. A lemez futtatása után a kapott kromatogramot UV fény alatt vizsgáljuk meg, és a foltokat Millon reagenssel tesszük láthatóvá.

3. Reagensek

3.1. Általános követelmény

Minden reagensnek analitikai tisztaságúnak kell lennie. A felhasznált víz desztillált víz, vagy legalább ezzel egyenértékû tisztaságú víz legyen.

3.2. Aceton

3.3. Dietil-éter

3.4. n-pentán

3.5. Metil-alkohol

3.6. Ecetsav (Jégecet)

3.7. Sósav oldat, 4 mol/l

3.8. Kálium-hidroxid oldat, $c(\text{KOH}) = 5 \text{ mol/l}$

3.9. Kalcium-klorid dihidrát ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

3.10. Detektáló szer: Millon reagens

A Millon reagens (higany(II)-nitrát 69820 Fluka (készen, a kereskedelembe beszerezhető oldat)

3.11. 2-Fenoxietanol

3.12. 1-Fenoxipropán-2-ol

3.13. Metil 4-hidroxibenzoát (metilparaben)

3.14. Etil 4-hidroxibenzoát (etilparaben)

3.15. n-Propil 4-hidroxibenzoát (propilparaben)

3.16. n-Butil 4-hidroxibenzoát (butilparaben)

- 3.17. Benzil 4-hidroxibenzoát (benzilparaben)
3.18. Referencia oldatok
Készítsünk 0,1%-os (m/v) oldatokat mindegyik referencia oldatból (3.11., 3.12., 3.13., 3.14., 3.15., 3.16. és 3.17.) metanollal.
3.19. Futtatószer
Elegyítsünk 88 térfogatrész n-pentánt (3.4.) 12 térfogatrész ecetsavat (jégecet) (3.6.).

4. Eszközök

- Szokásos laboratóriumi berendezés, és:
4.1. 60 °C hőmérséklet tartására alkalmas vízfürdő
4.2. Futtató kád (szűrőpapír bevonat nélkül)
4.3. Ultraibolya fényforrás, 254 nm
4.4. Vékonyréteg lemezek, 20 x 20 cm, 0,25 mm 60F₂₅₄ szilikagéllel bevonva, koncentráló zónával (Merck 11798, Darmstadt, vagy ezzel egyenértékű)
4.5. Maximum 105 °C hőmérséklet tartására alkalmas szárítószekrény
4.6. Meleglevegős hajszárító
4.7. Gyapjú festőhenger, hossza kb. 10 cm, külső átmérője kb. 3,5 cm. A gyapjúréteg vastagsága 2-3 mm. Nyírjuk le a gyapjút, ha szükséges.
Lásd az 5.2. alatti megjegyzést.
4.8. 50 ml-es üvegcső csavaros kupakkal.
4.9. Elektromos fűtőlap termosztátos hőmérséklet-szabályozóval. Hőmérséklet-beállítás: kb. 80 °C. A fűtőlapot fedjük le egy 20 x 20 cm-es, kb. 6 mm vastagságú alumínium lemezzel, az egyenletes hőeloszlás érdekében.

5. Eljárás

- 5.1. Mintaelőkészítés
Mérjünk be hozzávetőlegesen 1 g mintát egy 50 ml-es csavaros tetejű üvegcsőbe (4.8.). Adjunk hozzá négy csepp sósavat (3.7.) és 40 ml acetont.
Erősen lúgos termékeknél, mint amilyen a pipereszappan, 20 csepp sósav oldatot kell adagolni. Zárjuk le a csövet, óvatosan melegítsük fel az elegyet kb. 60 °C-ra, hogy elősegítsük a tartósítószer kivonását az acetonos fázisba, majd rázzuk erősen egy percre.
Mérjük meg az oldat pH-ját pH-indikátorpapírral, és állítsuk be ≤ 3 értékre sósav oldattal. Ismét erősen rázzuk egy percre.
Hűtsük le az oldatot szobahőmérsékletre, és szűrjük át egy szűrőpapíron egy Erlenmeyer lombikba. Töltsünk 20 ml szűrletet egy 200 ml-es Erlenmeyer lombikba, adjunk hozzá 60 ml vizet és keverjük meg. Állítsuk be a pH-t körülbelül 10-es értékre kálium-hidroxiddal (3.8.) úgy, hogy a pH mérésére indikátorpapírt használunk.
Adjunk hozzá 1 g kalcium-klorid-dihidrátot (3.9.) és rázzuk fel erősen. Szűrőpapíron szűrjük át egy 250 ml-es Erlenmeyer lombikba, amely 75 ml dietil-étert tartalmaz, és rázzuk erősen egy percre. Hagyjuk szétválni a fázisokat, és a vizes réteget gyűjtsük össze egy 200 ml-es Erlenmeyer lombikba. Indikátorpapír segítségével állítsuk be a vizes oldat pH-ját hozzávetőlegesen 2-re sósav oldattal. Ezt követően adjunk hozzá 10 ml dietil-étert, és rázzuk erősen egy percre. Hagyjuk szétválni a fázisokat, és a dietil-éteres rétegből 2 ml-t töltsük át egy 5 ml-es mintatartó ampullába.

5.2. Vékonyréteg kromatográfia (TLC)

Tegyünk egy TLC lemezt (4.4.) a megmelegített alumínium lapra (4.9.). Minden referencia oldatból (3.18.) kb. 10 μ l-t, a mintaoldatból (5.1.) pedig 100 μ l-t vigyünk fel a TLC lemez koncentrációs zónájának alapvonalára.

Ha szükséges, használhatunk légáramot az oldószer párolgásának elősegítésére. Vegyük le a TLC lemezt a melegítőlapról, és hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre. Töltsünk 100 ml előhívó oldószert (3.19.) egy futtató kádba (4.2.).

Tegyük a TLC lemezt azonnal a telítetlen kádba, és szobahőmérsékleten végezzük a futtatást addig, amíg az oldószer front mintegy 15 cm-re eltávolodik az alapvonaltól. Vegyük ki a lemezt az futtató kádból, és szárítsuk meg meleg levegőáramban egy meleglevegős hajszárító segítségével.

Vizsgáljuk meg a lemezt UV fény (4.3.) alatt, és jelöljük be a foltok helyét. Melegítsük a lemezt 30 percig egy szárítószekrényben (4.5.) 100 °C-on a felesleges ecetsav eltávolítása érdekében. A tartósítószerket Millon reagenssel (3.10.) tegyük láthatóvá a kromatogramon úgy, hogy a festőhengert (4.7.) belemerítjük a reagensbe, és addig görgetjük a TLC lemezen, ameddig az egyenletesen benedvesedik.

Megjegyzés: vagylagosan a foltok úgy is láthatóvá tehetők, hogy egy csepp Millon reagenst viszünk fel minden, UV fény alatt kijelölt foltra.

A 4-hidroxibenzoesav észterek piros foltokként, míg az 2-fenoxipropanol és az 1 fenoxipropán-2-ol sárga foltokként jelennek meg. Megjegyezzük ugyanakkor, hogy maga a 4-hidroxibenzoesav, amely a mintában tartósítószerként vagy a parabének bomlástermékeként jelen lehet, ugyancsak vörös foltként fog megjelenni. Lásd a 7.3. és 7.4. pontot.

6. Azonosítás

Számítsuk ki az R_f értéket minden egyes foltra. Hasonlítsuk össze a mintaoldatra kapott foltokat és a referencia oldatokra kapott foltok R_f értékével, valamint az UV sugárzás, és a láthatóvá tett színük intenzitása szempontjából. Ebből következtetések vonhatók le a tartósítószer azonosítására vonatkozóan.

Ha úgy tűnik, hogy parabének vannak jelen, akkor a B. szakaszban leírt HPLC vizsgálatot kell végrehajtani. Hasonlítsuk össze a TLC-vel és a nagynyomású folyadék-kromatográfiával (HPLC) kapott eredményeket, hogy megerősítsük a 2-fenoxietanol, az 1-fenoxipropán-2-ol és a parabének jelenlétét.

7. Megjegyzések

7.1. A Millon reagens mérgező volta miatt ezt a reagenst a leírt eljárásoknak megfelelően kell használni. Permetezése nem ajánlott.

7.2. Hidroxil-csoportokat tartalmazó egyéb vegyületek is kelhetnek színt Millon reagenssel. N. de Krujif, M. A. H. Rijk, L.A. Pranato-Soetardhi és A. Schouten (1987): Determination of preservatives in cosmetic products I: Thin-layer chromatographic procedure for the identification of preservatives in cosmetic products (*J. Chromatography* 410, 395-411.) cikkében számos tartósítószerre vonatkozó színtáblázat és a TLC eljárás a használatával kapott R_f értékekre vonatkozó táblázatok találhatók.

- 7.3. A következő táblázatban felsorolt R_f -értékek a vizsgálatban kapható értékek azonosítására szolgálnak:

Vegyület	R_f	Szín
4-hidroxibenzoesav	11	piros
metil-parabén	12	piros
etil-parabén	17	piros
propil-parabén	21	piros
butil-parabén	26	piros
benzil-parabén	16	piros
2-fenoxietanol	29	sárga
1-fenoxipropán-2-ol	50	sárga

- 7.4. A 4-hidroxibenzoesav és metil-parabén vagy a benzil-parabén és etil-parabén esetén nem kapunk szétválást. Ezeknek a vegyületeknek az azonosítását úgy kell elvégezni, hogy a B. szakaszban leírt HPLC vizsgálat értékeit és a mintára kapott retenciós időket egybevetjük az referencia oldatok retenciós időivel.

B. MENNYISÉGI MEGHATÁROZÁS

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a módszer alkalmas a 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropán-2-ol, metil 4-hidroxibenzoát, etil-4-hidroxibenzoát, propil-4-hidroxibenzoát, butil-4-hidroxibenzoát és benzil-4-hidroxibenzoát kozmetikai termékekben történő mennyiségi meghatározására.

2. Fogalommeghatározás

Az e módszerrel meghatározott tartósítószeres mennyiségét tömegszázalékban fejezzük ki.

3. Alapelv

A mintát kénsav hozzáadásával megsavanyítjuk, majd etil-alkohol és víz elegyével szuszpendáljuk. Miután a keveréket gyengén melegítettük a lipid fázis megolvasztása és a kvantitatív kivonás elősegítése céljából, a keveréket megszűrjük.

A szűrletben lévő tartósítószeres fordított fázisú HPLC-vel határozzuk meg, belső standardként izopropil-4-hidroxibenzoátot használunk.

4. Reagensok

4.1. Általános rész

Minden reagensnek analitikai és HPLC tisztaságúnak kell lennie ott, ahol erre szükség van. A felhasznált víz desztillált víz, vagy legalább ezzel megegyező tisztaságú víz legyen.

4.2. Abszolút etil-alkohol

4.3. 2-fenoxietanol

4.4. 1-fenoxipropán-2-ol

4.5. Metil-4-hidroxibenzoát (metil-parabén)

4.6. Etil-4-hidroxibenzoát (etil-parabén)

4.7. n-propil-4-hidroxibenzoát (propil-parabén)

4.8. Izopropil-4-hidroxibenzoát (izopropil-parabén)

- 4.9. n-butil-4-hidroxibenzoát (butil-parabén)
- 4.10. Benzil-4-hidroxibenzoát (benzilparabén)
- 4.11. Tetrahidrofurán
- 4.12. Metil-alkohol
- 4.13. Acetonitril
- 4.14. Kénsav oldat $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$
- 4.15. Etil-alkohol/víz elegy
Keverjünk össze kilenc térfogatrész etil-alkoholt (4.2.) és egy térfogatrész vizet.
- 4.16. Belső standard oldat
Pontosan mérjünk be 0,25 g izopropil-parabént (4.8.), töltsük át egy 500 ml-es mérőlombikba, oldjuk fel és töltsük fel a jelig etil-alkohol/víz eleggyel (4.15.).
- 4.17. Mozgó fázis: tetrahidrofurán/víz/metil-alkohol/acetonitril elegy
Keverjünk össze 5 térfogatrész tetrahidrofuránt, 60 térfogatrész vizet, 10 térfogatrész metil-alkoholt és 25 térfogatrész acetonnitrilt.
- 4.18. Tartósítószeres törzsoldata
Pontosan mérjünk be 0,2 g 2-fenoxietanolt, 0,2 g 1-fenoxipropán-2-ol-t, 0,05 g metil-parabént, 0,05 g etil-parabént, 0,05 g propil-parabént, 0,05 g butil-parabént és 0,025 g benzil-parabént egy 100 ml-es mérőlombikba, oldjuk fel és töltsük jelig etil-alkohol/víz eleggyel.
Hűtőszekrényben tartva az oldat egy hétig stabil.
- 4.19. Tartósítószeres standard oldatai
A törzsoldatból (4.18.) töltsünk át 20,00 ml-t, 10,00 ml-t, 5,00 ml-t, 2,00 ml-t és 1,00 ml-t egy-egy 50 ml-es mérőlombikba. Minden mérőlombikhoz adjunk 10 ml belső standard oldatot (4.16.) és 1,0 ml kénsav oldatot (4.14.), majd töltsük fel a jelig etil-alkohol/víz eleggyel. Ezeket az oldatokat frissen kell készíteni.

5. Eszközök

- Hagyományos laboratóriumi felszerelés és:
- 5.1. $60 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ fenntartására alkalmas vízfürdő
- 5.2. Nagynyomású folyadék-kromatográf 280 nm hullámhosszú UV detektorral
- 5.3. Analitikai oszlop
Rozsdamentes acél, $25 \text{ cm} \times 4,6 \text{ mm}$ belső átmérő (vagy $12,5 \text{ cm} \times 4,6 \text{ mm}$ belső átmérő), Nucleosil 5C18 vagy ezzel egyenértékű töltettel töltve (lásd a 10.1. pontot)
- 5.4. 100 ml-es üvegcsövek csavaros kupakkal
- 5.5. Forrkő, 2-4 mm méretű vagy ezzel egyenértékű

6. Eljárás

- 6.1. Mintaelőkészítés
- 6.1.1. A minta előkészítése belső standard hozzáadása nélkül
Mérjünk be körülbelül 1 g-nyi mintát egy 100 ml-es csavaros tetejű üvegcsőbe. Pipetázzunk 1,0 ml kénsav oldatot (4.14.) és 50,0 ml etil-alkohol/víz elegyet (4.15.) a csőbe. Adjunk hozzá körülbelül 1 g forrkövet (5.5.), zárjuk le a csövet és rázzuk erősen addig, amíg homogén szuszpenziót nem kapunk. Rázzuk legalább egy percig. Tegyük a csövet öt percre vízfürdőbe (5.1.), és tartsuk $60 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ -on a tartósítószeres etil-alkoholos fázisba történő kivonásának elősegítése céljából.
Azonnal hűtsük le a csövet hideg vízáramban és tartsuk a kivonatot hűtőszekrényben egy órán keresztül. Szűrjük le a kivonatot szűrőpapíron keresztül. Töltsünk át körülbelül 2 ml

kivonatot egy 5 ml-es mintatartó küvettába. Tartsuk a kivonatot hűtőszekrényben és 24 órán belül végezzük el a HPLC-s meghatározást.

6.1.2. A minta előkészítése belső standard hozzáadásával

Mérjük be három tizedes pontossággal $1 \pm 0,1$ g mintát egy 100 ml-es csavaros tetejű üvegcsőbe.

Pipetázzunk 1,0 ml kénsav oldatot és 40,0 ml etil-alkohol/víz elegyet a csőbe. Adjunk hozzá körülbelül 1 g forrkövet (5.5.) és pontosan 10,00 ml belső standard oldatot. Zárjuk le a csövet, és rázzuk erősen addig, amíg homogén szuszpenziót nem kapunk. Rázzuk legalább egy percig. Tegyük a csövet öt percre vízfürdőbe (5.1.), és tartsuk 60 ± 1 °C-on a tartósítószer etil-alkoholos fázisba történő kivonásának elősegítése céljából.

Azonnal hűtsük le a csövet hideg vízáramban és tartsuk a kivonatot hűtőszekrényben egy órán keresztül. Szűrjük le a kivonatot szűrőpapíron keresztül.

Töltsünk át körülbelül 2 ml kivonatot egy 5 ml-es mintatartó küvettába (vakoldat). Tartsuk a kivonatot hűtőszekrényben, és 24 órán belül végezzük el a HPLC-s meghatározást.

6.2. Nagynyomású folyadék-kromatográfia (HPLC)

6.2.1. Kromatografálási feltételek:

- Mozgó fázis: tetrahidrofuran/víz/metil-alkohol/acetonitril elegy (4.17.)
- Áramlási sebesség: 1,5 ml/perc
- A detektálás hullámhossza: 280 nm

6.2.2. Kalibrálás

Minden tartósítószer standard oldatából (4.19.) injektáljunk 10 ÷l-t. A kapott kromatogramokból határozzuk meg a vizsgált tartósítószer standard oldat csúcsmagasságának a belső standard csúcsmagasságához viszonyított arányát. Ábrázoljuk görbén az egyes tartósítószerrekhöz tartozó csúcsmagasságok arányát az egyes standard oldatok koncentrációjának függvényében.

6.2.3. Mennyiségi meghatározás

Fecskendezzünk 10 ÷l belső standard nélküli mintaoldatot (6.1.1.) a kromatográfba, és vegyük fel a kromatogramot.

Fecskendezzünk az egyik tartósítószer standard oldatból (4.19.) 10 ÷l-t, és vegyük fel a kromatogramot. Hasonlítsuk össze a kapott kromatogramokat.

Ha a minta kivonat (6.1.1.) kromatogramján nincs csúcs, vagy a csúcs nem válik szét nagyjából ugyanannál a retenciós időnél, mint az izopropil-parabének (ajánlott belső standard), akkor folytassuk azzal, hogy fecskendezzünk be 10 ÷l belső standardot tartalmazó minta kivonatot (6.1.2.). Vegyük fel a kromatogramot, és mérjük meg a csúcsmagasságokat.

Ha zavaró csúcsot találunk a minta kivonatának kromatogramján ugyanannál a retenciós időnél, mint az izopropil-parabén, akkor egy másik megfelelő belső standardot kell választani.

Ha a vizsgált tartósítószer egyik hiányzik a kromatogramról, akkor ez a tartósítószer használható fel belső standardként.

Számítsuk ki a vizsgált tartósítószer csúcsmagasságainak a belső standard csúcsmagasságaihoz viszonyított arányát.

Győződjünk meg arról, hogy kalibrálásnál a felhasznált belső standardokra lineáris görbét kaptunk-e.

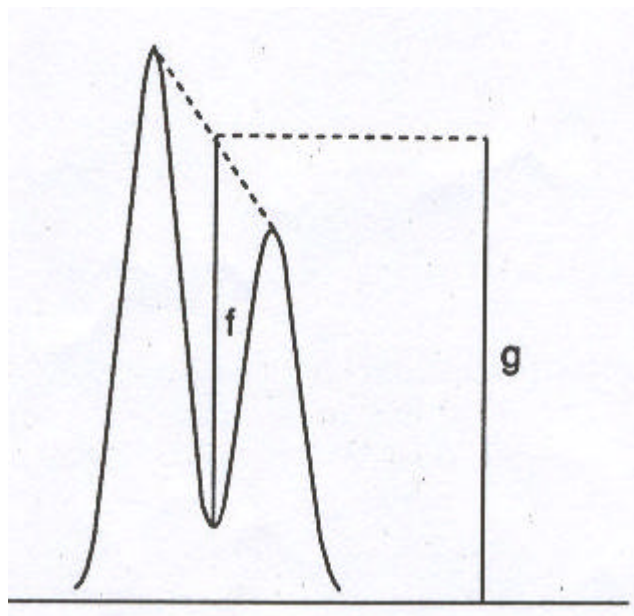
Győződjünk meg arról, hogy a tartósítószer standard oldatára és a mintaoldatra kapott kromatogramok kielégítik-e a következő elvárásokat:

A csúcsszétválásánál a leggyengébben szétvált párnak legalább 0,90-nek kell lennie.
csúcsszétválás $p = f/g$

1. ábra: Csúcsszétválás

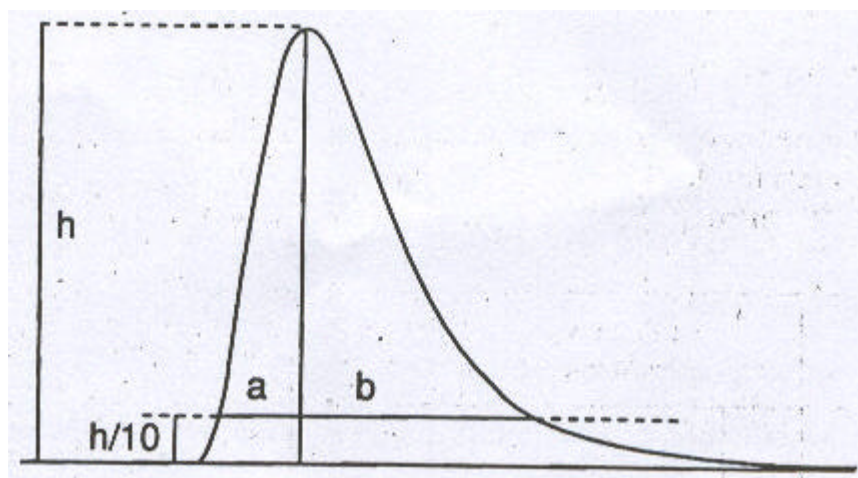
Aszimmetria-
faktor

$$A_s = b/a$$



Ha a szükséges szétválást nem értük el, akkor vagy egy hatékonyabb oszlopot kell használni, vagy a mozgó fázis összetételét addig kell változtatni, amíg az az elvárásokat kielégíti.

- Minden kapott csúcs A_s aszimmetria faktorának 0,9-1,5 közötti tartományban kell lennie. (A csúcsaszimmetria-faktor definícióját lásd a 2. ábrán). Az aszimmetria-faktor meghatározására szolgáló kromatogram felvételéhez legalább 2 cm/perc papíradagolási sebesség ajánlott.



2. ábra: Csúcsaszimmetria-faktor

- Stabil alapvonalat kell kapnunk.

7. Számítás

Használjuk a kalibrációs görbét (6.2.2.) és a vizsgált tartósítószer csúcsmagasságának a belső standard csúcsmagasságához viszonyított arányait a mintaoldatban lévő tartósítószer koncentrációjának kiszámításához. Számítsuk ki a minta 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropán-2-ol, metil 4-hidroxibenzoát, etil-4-hidroxibenzoát, propil-4-hidroxibenzoát, butil-4-hidroxibenzoát és benzil-4-hidroxibenzoát tartalmát (w_i) tömegszázalékban (%m/m) a következő képlet segítségével:

$$\%w_i \text{ (m/m)} = \frac{b_i}{200 \times a},$$

ahol:

b = a vakolatban lévő i -edik tartósítószer koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$) a kalibrációs görbe alapján, és

a = a vizsgált adag tömege (g).

8. Megismételhetőség¹

Lásd a megjegyzések 10.5. pontját.

9. Reprodukálhatóság¹

Lásd a megjegyzések 10.5. pontját.

10. Megjegyzések

10.1. Álló fázis

HPLC meghatározásoknál az oldatok retenciós viselkedése erősen függ az álló fázis típusától, márkájától és előéletétől. Azt, hogy egy oszlop használható-e a vizsgált tartósítószer szétválasztására, a standard oldatokra kapott eredményekből tudjuk megállapítani (lásd a megjegyzések 6.2.3. pontját). A javasolt töltőanyagon kívül a Hypersil ODS és a Zorbax ODS is ugyanúgy használható.

Vagylagosan az ajánlott mozgó fázis összetételét lehet optimalizálni az elvárt szétválasztás elérése érdekében.

10.2. A detektálás hullámhossza

A leírt módszerrel végzett egyenletlenségi vizsgálat azt mutatta, hogy a detektálás hullámhosszának kismértékű megváltozása jelentős hatással bír a meghatározás eredményeire.

Ezért ezt a paramétert az elemzés során igen alaposan kell szabályozni.

10.3. Zavaró hatások

Az ebben a módszerben leírt körülmények között sok más vegyület, mint például tartósítószer és kozmetikai adalékanyagok is kioldódnak. A kozmetikai termékekről szóló tanácsi irányelvhez tartozó VI. mellékletben említett nagyszámú tartósítószer retenciós ideje fel van sorolva N. de Kruijf, M.A.H. Rijk, L.A. Pranato-Soetardhi and Schouten, (1989): Determination of preservatives in cosmetic products II. High-performance liquid chromatographic identification (*J. Chromatography* 469, 317–398) cikkében.

10.4. Az analitikai oszlop védelmére egy megfelelő előtétoszlop is használható.

10.5. A módszert egy együttműködési kísérlet során vizsgálták, amelyben kilenc laboratórium vett részt. Három mintát vizsgáltak. A következő táblázat mindhárom mintára felsorolja a vizsgált mintákra kapott % m/m átlagokat (m), a megismételhetőségeket (r) és a reprodukálhatóságokat (R):

¹ ISO 5725

Minta		2-Fenoxi-etanol	1-Fenoxi-propán-2-ol	Metil-parabén	Etil-parabén	Propil-parabén	Butil-parabén	Benzil-parabén
Vitamin krém	m	1,124		0,250	0,0628	0,031	0,0906	
	r	0,016		0,018	0,0035	0,0028	0,0044	
	R	0,176		0,030	0,0068	0,0111	0,0034	
Nappali arckrém	m	1,196		0,266	0,076			
	r	0,040		0,003	0,002			
	R	0,147		0,022	0,004			
Masszázs krém	m		0,806			0,180	0,148	0,152
	r		0,067			0,034	0,013	0,015
	R		0,112			0,078	0,012	0,016

(A 96/45/EGK irányelv alapján)

A földművelésügyi és vidékfejlesztési miniszter 15/2004. (II. 10.) FVM rendelete

az egyes gyümölcsfajok és szőlő ültetvények telepítésének támogatásáról

Az agrárgazdaság fejlesztéséről szóló 1997. évi CXIV. törvény 10. § (2) bekezdésének *b)* pontjában kapott felhatalmazás alapján — figyelemmel az Európai Unió közös forrásaiból származó agrártámogatások, az azokhoz kapcsolódó, nemzeti költségvetésből nyújtott kiegészítő támogatások, valamint a nemzeti hatáskörben nyújtott agrártámogatások igénybevételének általános feltételeiről szóló 6/2004. (I. 22.) Korm. rendeletre (a továbbiakban: R.) a következőket rendelem el:

1. §

(1) E rendelet alapján pályázat benyújtásával a Magyar Köztársaság 2004. évi költségvetéséről és az államháztartás három éves kereteiről szóló 2003. évi CXVI. törvény XII. Földművelésügyi és Vidékfejlesztési Minisztérium fejezet, 10 cím, 5 alcím, 2 jogcímcsoport 1. Fejlesztési típusú támogatások jogcím alatti összegből a 2004. évben rendelkezésre álló 1,8 milliárd forint forrás erejéig támogatás igényelhető az e rendelet *1. számú melléklete* szerinti növényfajok és fajták ültetvénytelepítési beruházásához, a 10032000-01220191-51000008 számú Mezőgazdasági termelés korszerűsítése számláról. A jogosulatlanul igénybe vett támogatást ugyanezen számlára kell visszafizetni.

(2) A támogatás igénylésének, igénybevételének, felhasználásának, elszámolásának és ellenőrzésének rendjét az R.-ben, az államháztartás működési rendjéről szóló módosított 217/1998. (XII. 30.) Korm. rendeletben (a továbbiakban: Áhmr.), valamint az Európai Unió Közös Agrárpolitikája magyarországi végrehajtásában, illetve a nemzeti agrártámogatási rendszerben érintett ügyfelekkel összefüggő ügyfélregiszter létrehozásáról és az ezzel kapcsolatos nyilvántartásba vételéről szóló módosított 141/2003. (IX. 9.) Korm. rendelet (a továbbiakban: Nyilv. r.) és az e rendeletben, valamint a pályázati felhívásban foglaltak szabályozzák.

(3) E rendelet alkalmazásában

a) minisztérium: a Földművelésügyi és Vidékfejlesztési Minisztérium;

b) miniszter: a földművelésügyi és vidékfejlesztési miniszter;

c) gazdálkodó: a TEÁOR 01.1 növénytermelési és kertészeti tevékenység végzésére jogosult természetes személy (egyéni vállalkozó, őstermelő, családi gazdálkodó), jogi személy (beleértve az agrárképzést folytató oktatási intézmény tangazdaságát/tanüzemét, valamint a kutatóinté-

ményt is), továbbá jogi személyiség nélküli gazdasági társaság, amennyiben a Nyilv. r. szerint regisztráltak;

d) TEÁOR: a gazdasági Tevékenységek Egységes Ágazati Osztályozási Rendszere, amit a statisztikáról szóló 1993. évi XLVI. törvény alapján a Központi Statisztikai Hivatal a 9003/2002. (SK 6.) KSH közleményben tett közzé;

e) Földhasználati r.: a földhasználati nyilvántartás részletes szabályairól szóló 184/1999. (XII. 13.) Korm. rendelet;

f) Hivatal: a területileg illetékes megyei (fővárosi) földművelésügyi hivatal;

g) Döntéshozó: a *g)* pont szerinti Hivatal vezetője, aki rendelkezik a miniszternek a pályázatokkal kapcsolatos (elfogadó vagy elutasító) döntés meghozatalára feljogosító okiratával;

h) Telepítés: magába foglalja a talajalkalmassági vizsgálatokat, a talaj-előkészítést (forgatás, tápanyag-feltöltés), ültetést, támlerendezés létesítését, a termőre fordulásig az ültetvény ápolását (beleértve az évenkénti pótlást is);

i) Ültetés: a szaporító anyag talajba helyezése.

j) Belföldi földtulajdon: az ingatlan-nyilvántartásról szóló 1997. évi CXLI. törvény szerint nyilvántartott ingatlan;

k) BUBOR: Budapesti Bankközi Forint Hitelkamatláb.

(4) A támogatás igénylésére jogosult a gazdálkodó, ha

a) rendelkezik a beruházási költség legalább huszonöt százalékanak megfelelő mértékű saját forrás összegével (a saját forrás kölcsönrel is biztosítható),

b) vállalja, hogy a szakmailag előírt talaj-előkészítést követően a szaporítóanyag elültetését a kiadott támogatási okirat keltezésének évében megkezdzi, és az ültetést az okirat keltétől számított tizenkettő hónapon belül befejezi, továbbá

c) vállalja, hogy a termőre fordulás időpontjáig a beruházást befejezi, és a támogatással létrehozott ültetvényt a termőre fordulást követően legalább öt évig rendeltetésének megfelelően hasznosítja, és vezeti az e rendelet *2. számú mellékletében* szereplő „Telepítési és ápolási napló”-t,

d) nem áll csőd-, felszámolási- és végelszámolási eljárás alatt, természetes személy esetében végrehajtási eljárás alatt,

e) olyan természetes személy, aki rendelkezik mezőgazdasági szakirányú képzettséggel vagy legalább igazoltan ötéves, a kertészeti, szőlészeti ágazatban szerzett szakmai gyakorlattal,

f) olyan jogi személy, illetve jogi személyiség nélküli gazdasági társaság, amelynek tagjai között vagy alkalmazásában legalább egy olyan felelős vezető személy van, aki az *e)* pontban foglaltaknak megfelel,

g) tevékenységét TEÁOR számmal is feltüntető, érvényes egyéni vállalkozói igazolvánnyal vagy a tárgyévre érvényesített betétlappal ellátott őstermelői igazolvánnyal vagy harminc napnál nem régebbi cégbíróági cégkivonattal tudja igazolni,

h) biztosítja a minisztérium, az Állami Számvevőszék és a Kormányzati Ellenőrzési Hivatal számára az ellenőrzés lehetőségeinek feltételeit.

(5) Nem vehető igénybe támogatás

a) valótlan adatszolgáltatás esetén,

b) a bérelt ingatlanon tervezett fejlesztés esetén, ha a bérleti szerződés nem biztosítja a bérlő számára kizárólagos joggal a támogatással megvalósuló ültetvény természetben tartásának lehetőségét a (4) bekezdés c) pont szerinti ideig,

c) ha a fejlesztés megvalósulásának helyéül szolgáló ingatlan nem per- és igénymentes.

(6) Támogatás a gazdálkodó

a) tulajdonát képező vagy

b) tartós — legalább a szakmailag igazolható termőre fordulást követő ötödik év végéig érvényes haszonbérleti szerződéssel — bérleményét képező, valamint

c) többségi állami tulajdonban lévő gazdasági társaság vagy intézmény esetében a haszonbérletében vagy vagyonkezelésében lévő

belföldi földtulajdonon megvalósítani tervezett beruházáshoz igényelhető.

(7) A támogatás alapjául az ültetvény

a) tervezésének,

b) telepítésének, valamint

c) kerítés, térburkolat, permetlétároló létesítésének a költségei vehetők figyelembe.

(8) A támogatás a támogatási okiratban foglalt éves ütemezéshez igazodóan, forrás és teljesítésarányosan vehető igénybe.

2. §

(1) Ültetvénytelepítéshez

a) árutertermelő szőlő ültetvény telepítése esetén a beruházási költség legfeljebb negyven százalékának, hegyvidéken a tizenöt százalék feletti lejtőtartományban tervezett szőlőtelepítés esetén legfeljebb negyvenöt százalékának,

b) árutertermelő alma, körte, őszibarack gyümölcsös ültetvény telepítés esetén a beruházási költség legfeljebb negyven százalékának,

c) üzemi törzsültetvények esetén a beruházási költség legfeljebb ötven százalékának megfelelő, vissza nem térítendő fejlesztési célú támogatás nyújtható, illetve vehető igénybe.

(2) Az (1) bekezdés szerinti vissza nem térítendő fejlesztési célú támogatás összege nem haladhatja meg

a) a hegyvidéken tervezett szőlőtelepítés kivételével a hatvanmillió forintot,

b) hegyvidéken tervezett szőlőtelepítés esetében a hetvenmillió forintot.

(3) Az (1) bekezdés szerinti vissza nem térítendő fejlesztési célú támogatáson felül a pénzügyi intézménytől legfel-

jebb tízéves időtartamra felvett, az R. 2. § (1) bekezdés c) pontjában foglaltaknak megfelelő, legfeljebb százötven millió forint éven túli lejáratú beruházási hitel után a kamat terhelésének időpontjában érvényes három havi BUBOR-ral számított kamat negyven százalékának megfelelő kamattámogatás vehető igénybe, illetve nyújtható.

(4) A gazdálkodó egyéb forrásból is vehet igénybe támogatást, azonban az igénybe vett támogatások, valamint a támogatott hitel együttes összege nem haladhatja meg a beruházási költség hetvenöt százalékát.

(5) A támogatási összeg (2) bekezdésben meghatározott felső határát nem haladhatja meg

a) a gazdálkodó és a többségi tulajdonában lévő gazdasági társaság vagy társaságok

b) egy természetes személy vagy egy gazdasági társaság — kivéve a többségi állami tulajdonban lévő gazdasági társaságokat — többségi tulajdonában álló gazdasági társaságok

által igénybe vett támogatások együttes összege sem.

3. §

(1) A támogatás a minisztérium által meghirdetett pályázati felhívásra a Hivatalhoz benyújtott pályázat alapján igényelhető.

(2) A pályázatot nyolc példányban a pályázati felhívásban meghatározott ideig és tartalommal lehet benyújtani a Hivatalhoz. A pályázatok beadásának határidejét a kiadásra kerülő pályázati felhívás határozza meg. A benyújtási határidő elmulasztása jogvesztő.

(3) Egy pályázatban csak egy fajhoz, egy összefüggő földterületen megvalósuló telepítéshez igényelhető támogatás.

(4) A pályázatot — a benyújtott formában és tartalommal, hiánypótlás lehetősége nélkül — az Agrár- és Vidékfejlesztési Bizottság javaslata alapján a Döntéshozó saját hatáskörben bírálja el, a benyújtási határidőt követő harminc napon belül. A pályázattal kapcsolatban a döntést követő tíz napon belül a pályázó írásban értesítést kap.

(5) A beruházások támogatására megyei támogatási keretek kerülnek kialakításra. A pályázatok a támogatási keret összegéig kerülhetnek elfogadásra. A beruházások támogatására rendelkezésre álló költségvetési előirányzat forráshiánya esetén már nem finanszírozható pályázatok elutasításáról, esetlegesen fajok szerint differenciálva, de minden pályázatra azonos mértékkel arányosan csökkentett támogatási összeggel történő elfogadásáról a Döntéshozó jogosult intézkedni.

(6) Amennyiben a pályázat elfogadásra kerül, a Döntéshozó támogatási okiratot állít ki. A támogatási okirat érvényét veszti, és a támogatás nem vehető igénybe, ha a Gazdálkodó a támogatási okirat kiadásától számított hat

hónapon belül, de legalább az okirat kiadásának évében a szaporítóanyag ültetését nem kezdi meg.

4. §

(1) A pályázathoz csatolni kell:

a) a vonatkozó jogszabályok előírásai szerinti, érvényes telepítési engedélyt. Üzemi törzsültetvények esetében az Országos Mezőgazdasági Minősítő Intézet (a továbbiakban: OMMI) engedélye is szükséges;

b) talaj-alkalmassági és tápanyag-feltöltési szakvéleményt;

c) gyökérnemes szőlő telepítése esetén a talaj immunizálását igazoló növény-egészségügyi hatósági (alkalmassági) szakvéleményt;

d) nyilatkozatot arról, hogy az új ültetvényen megtermelt termék értékesítése, feldolgozása hosszú távon biztosított (saját kapacitás, szövetkezeti kapacitás, hosszú távú szerződés stb.);

e) nyilatkozatot az ellenőrzés tűréséről a termesztés-bentartási kötelezettség végéig, kötelezettségvállalást, hogy a beruházást a szakmai követelményeknek megfelelően végzik;

f) gyümölcsös telepítés esetében: a termőhely ökológiai alkalmasságának igazolását, amelyet a Gyümölcs Termőhelyi Kataszter kezelésével megbízott Érdi Gyümölcs- és Dísznövény-termesztési Kutató, Fejlesztő Kht., illetve az általa megbízott Fertődi Gyümölcstermesztő Kutató Fejlesztő Kht. vagy Újfehértói Gyümölcstermesztési Szaktanácsadó Kht. ad ki;

g) a pályázati felhívásban megjelölt egyéb igazolásokat, nyilatkozatokat (saját forrás, köztartozás-mentesség, tulajdoni lap, bérleti szerződés stb.).

(2) A támogatás feltétele, hogy a gazdálkodó igazolt származású, tünetileg vírusmentes szaporítóanyagot használjon, amely lehet

a) engedélyes árutermelő iskolában előállított, OMMI által ellenőrzött, minősített ültetési anyag;

b) import szaporítóanyag esetében honosító minősítéssel ellátott ültetési anyag;

c) hatóságilag ellenőrzött, igazolt eredetű alapanyag felhasználásával, házi szaporító iskolában, saját célra előállított ültetési anyag.

(3) A támogatás feltétele továbbá gyümölcsösök esetében legalább 3000 m², szőlőtelepítés esetében legalább 1500 m² összefüggő területű ültetvény telepítése.

(4) A szőlőtelepítés támogatásának további feltétele:

a) borszőlő telepítéséhez támogatás csak borvidéki, bortermőhelyi területekre (meghatározott települések határának a szőlő termőhelyi kataszterben I—II/1. osztályú — az alföldi szőlőtermő táj borvidéki, bortermőhelyi településein I—II/1—II/2. osztályú — minősítéssel regisztrált területeire) adható, az adott termőhelyen telepítésre engedélyezett fajta ültetési anyagának használata esetén is;

b) étkezési szőlő telepítéséhez az ország bármely településének a szőlő termőhelyi kataszterben I—II/1. osztályú, illetve az Alföldön II/2. osztályú minősítéssel regisztrált területére is adható támogatás az adott termőhelyen telepítésre engedélyezett fajták használata esetén;

c) bor- és étkezési szőlőfajták üzemi törzsültetvényeire a termőhelyi követelmények a borszőlőre meghatározott feltételekkel azonosak. Alanyfajták minden szőlőtermő tájon telepíthetők. A telepíthető fajták körét az OMMI határozza meg, illetve engedélyezi. Követelmény azonban, hogy a telepítéshez felhasznált szaporítóanyag tesztelten vírusmentes legyen, és legalább központi törzsszőlőből származzon;

d) bor- és étkezési szőlő fajták törzsültetvényeinek telepítése esetén nyilatkozatot kell csatolni arról, hogy az ültetvények szaporítóanyag termesztés céljából települnek, és az OMMI előírásai szerint kezelik;

e) csatolni kell az illetékes hegyközség nyilatkozatát arról, hogy a tervezett telepítés megfelel a hegyközségi rendtartás előírásainak.

5. §

(1) A támogatással megvalósuló beruházások rendeltetésszerű használatának és a visszavont támogatás visszafizetésének biztosítékaként, az 1. § (4) bekezdésének c) pontja szerinti termesztésben tartási kötelezettség végéig, az állam javára a R. 8. § (1) bekezdés f) pontja szerinti biztosíték, elidegenítési tilalom kerül bejegyezésre a támogatással érintett vagy a gazdálkodó tulajdonát képező más felajánlott vagyontárgyra, a nem forgalomképes állami és önkormányzati tulajdonban lévő földrészlet kivételével. A bejegyzés a termesztésben tartási kötelezettség végéig szőlő bankgaranciával kiváltható.

(2) Az elidegenítési tilalom alól a miniszter

a) be nem fejezett beruházásra vonatkozóan, különösen indokolt esetben (a támogatott életkörülményeiben, jövedelmi viszonyaiban, gazdálkodási körülményeiben, bekövetkezett romlás esetén),

b) a beruházás befejezése (termőre fordulás) után indokolt esetben

felmentést adhat, ha az elidegenítés a támogatás igénybevételére egyébként is jogosult részére történik, és az új tulajdonos vállalja a támogatás igénybevételével járó kötelezettségek teljesítését.

(3) A támogatási feltételek nem teljesítése vagy a beruházás részleges teljesítése esetén a be nem telepített területre felvett támogatás jogosulatlanul igénybe vett állami támogatásnak minősül, és a támogatás ezen része visszavonásra kerül. Jogosulatlanul igénybe vett támogatásnak minősül továbbá

a) a beruházásnak az elfogadott céltól eltérő rendeltetésű megvalósítása,

b) ha nem valósul meg a teljes beruházás (a beruházás megvalósításának az ültetvény termőre fordulását kell tekinteni), továbbá ha a támogatott az évenként szükséges ápolási, illetve pótlási munkálatokat nem végzi el,

c) ha a beruházás, illetve az ültetvény ellenőrzését a támogatási jogviszonyból származó kötelezettség végéig a gazdálkodó akadályozza vagy azt lehetetlenné teszi,

d) a gazdálkodó nem tesz eleget az Áhmr. 87. § (5) bekezdésében meghatározott bejelentési kötelezettségének,

e) a támogatással létrehozott ültetvényt a támogatási jogviszonyból származó kötelezettség fennállásának ideje alatt a gazdálkodó engedély nélkül elidegeníti, gazdasági társaságba nem pénzbeli hozzájárulásként beviszi (apportálja),

f) amennyiben a gazdálkodó termesztésben tartási kötelezettségének fennállása alatt jogutód nélkül megszűnik vagy a támogatási kérelem elbírálásánál figyelembe vett, a támogatással létesített ültetvényhez kapcsolódó tevékenységét megszünteti vagy felszámolás, illetve végelszámolás hatálya alá kerül,

a támogatás egészét vagy időarányos részét a jogosulatlanul igénybe vett támogatásra vonatkozó szabályok szerint köteles visszafizetni.

(4) A jogosulatlanul igénybe vett támogatás visszafizetését a Döntéshozó rendeli el.

(5) A jogosulatlanul igénybe vett és vissza nem fizetett támogatás köztartozásnak minősül, amelynek behajtása a Döntéshozó kezdeményezése alapján adók módjára történik.

(6) Folyamatban lévő támogatási ügyek esetében — különösen indokolt esetben — a miniszter

a) kérelem alapján engedélyezheti a csőd-, felszámolási és végelszámolási eljárás alatt álló gazdálkodó beruházásának a termesztésben tartási kötelezettség idején belüli elidegenítését, ha az új tulajdonos — feltéve, ha az egyébként jogosult lenne a támogatás igénybevételére — vállalja az állammal szemben fennálló kötelezettségek teljesítését,

b) mentesítheti a gazdálkodót ezen rendelet, a vonatkozó pályázati felhívás, illetve a kiadott támogatási okirat egyes, a beruházás megvalósítását érintő pontjainak betartása alól, ha a beruházás a támogatási célnak, valamint a pályázatban részletezett funkciónak megfelelően határidőre megvalósul, és a termesztésben tartási kötelezettség maradéktalanul teljesíthető.

6. §

(1) Az állammal szembeni kötelezettségek betartásával összefüggő helyszíni ellenőrzést a minisztérium és a Hivatalok látják el, szükség szerint más szakértő szervek (Magyar Államkincstár, OMMI és egyéb szervek) bevonásával.

(2) A gazdálkodó az ültetvények szakmailag indokolt termőre fordulását követő hatvan napon belül a beruházásról készített beszámolót — ideértve a teljes körű pénzügyi elszámolást is — köteles egy-egy példányban a Hivatalhoz és a Magyar Államkincstárhoz benyújtani. Az ültetvények szakmailag indokolt telepítésének megvalósítását a beruházás megkezdésének évében, az ültetés befejezésekor és a termőre fordulás évében az OMMI ellenőrzi, arról jegyzőkönyvet készít, és azt megküldi a Hivatalnak. A beruházás megkezdése időpontjának a telepítési és ápolási naplóban az ültetés megkezdését rögzítő időpont számít.

(3) A támogatásban részesült gazdálkodó köteles az ellenőrzést elősegíteni, a kért dokumentumokat, bizonylatokat és egyéb adatokat az ellenőrök rendelkezésére bocsátani, az ültetvény szemrevételezését lehetővé tenni.

7. §

(1) Az a pályázó, aki 2003. évben e rendelet 1. számú melléklete szerinti növényfajok és fajták ültetvénytelepítési támogatására pályázott, és a pályázata szakmailag megfelelt, de elutasításra került, 2004. évben pályázhat ültetvénytelepítési támogatásért. Az elbírálás során a 2003. évi eltelepítés nem kizáró tényező, amennyiben e jogszabály alapján benyújtott pályázata megfelel a hatályos rendelkezéseknek és pályázati felhívásnak.

(2) E rendelet a kihirdetése napján lép hatályba, és 2004. április 30-án hatályát veszti azzal, hogy az igénybe vett támogatás elszámolására és a támogatások igénybevételével kapcsolatos kötelezettségek teljesítésére, azok ellenőrzésére az e rendeletben, valamint az ennek alapján kiadott pályázati felhívásban és kiadott támogatási okiratban foglaltakat kell alkalmazni.

(3) E rendelet hatálybalépésével egyidejűleg az egyes szőlészeti és borászati szakigazgatási kérdésekről szóló 119/2003. (XI. 27.) FVM rendelet 3. § (1) bekezdése helyébe az alábbi rendelkezés lép:

„(1) A telepítési engedély iránti kérelmet az ültetés megkezdése előtt legalább egy hónappal, a kivágási engedély kérelmet pedig a kivágás megkezdése előtt legalább kettő hónappal kell benyújtani. A kérelemhez csatolni kell a területre vonatkozó tulajdoni lap másolatát, bérleti jogviszony esetén a bérleti szerződés egy példányát. A kérelmeket hegyközségi településen a hegybíróhoz, nem hegyközségi településen az 1. számú melléklet szerint illetékes hegyközségi település hegybírájához két példányban kell benyújtani. A telepítési engedély iránti kérelem tartalmát a 2. számú melléklet, a kivágási engedély iránti kérelem tartalmát a 3. számú melléklet határozza meg.”

Dr. Németh Imre s. k.,

földművelésügyi és vidékfejlesztési miniszter

** Természetes mértékegységben (pl. tonna/ha liter/ha, kg/ha, % stb.)

**A nemzeti kulturális örökség
miniszterének
2/2004. (II. 10.) NKÖM
rendelete**

**a Nemzeti Kulturális Alapprogramról szóló
1993. évi XXIII. törvény végrehajtásáról szóló
13/1999. (VIII. 27.) NKÖM rendelet módosításáról**

A Nemzeti Kulturális Alapprogramról szóló 1993. évi XXIII. törvény (a továbbiakban: Tv.) 10. §-ának (2) bekezdésében foglaltak alapján az alábbiakat rendelem el:

1. §

A Tv. végrehajtásáról szóló 13/1999. (VIII. 27.) NKÖM rendelet (a továbbiakban: R.) 27. §-ának (1) bekezdése helyébe az alábbi rendelkezés lép:

„27. § (1) Az Alapprogram keretében nyújtott támogatás építési beruházásra, felújításra a műemléki és régészeti célból nyújtott támogatás kivételével nem fordítható. Az állandó fenntartási és üzemeltetési kiadásokra az Alapprogram keretében nyújtott támogatás csak a (2) bekezdésben foglalt esetben fordítható.”

2. §

Az R. 28. §-a az alábbi (2) bekezdéssel egészül ki, egyidejűleg az eredeti (2) bekezdés számozása (3) bekezdésre változik:

„(2) A szerződéshez mellékletként csatolni kell a pályázó nyilatkozatát arról, hogy nincs lejárt esedékességű köztartozása.”

3. §

(1) Ez a rendelet a kihirdetését követő 3. napon lép hatályba, ezzel egyidejűleg hatályát veszti a Nemzeti Kulturális alapprogramról szóló 1993. évi XXIII. törvény végrehajtásáról szóló 22/2001. (XII. 27.) NKÖM rendelet 9. §-a.

(2) E rendelet hatálybalépésével az R. 1. számú mellékletében a Nemzeti Kulturális Alapprogram állandó kollégiumainak felsorolása kiegészül a „16. Műemléki és Régészeti Kollégium” szövegrésszel.

Dr. Hiller István s. k.,

a nemzeti kulturális örökség minisztere

Helyesbítés: A Magyar Közlöny 2003. évi 159. számában kihirdetett, a használt és szennyvizek kibocsátási határértékeiről és alkalmazásuk szabályairól szóló 9/2002. (III. 22.) KöM—KöViM együttes rendelet módosításáról készült 25/2003. (XII. 30.) KvVM rendelet mellékletének III. részében

— a 16. Fejezet B) Általános követelmények (1) bekezdés első francia bekezdése helyesen a következő:

„— a bőr és nyersbőr hűtése,”

— a 16. Fejezet B) Általános követelmények (1) bekezdés harmadik francia bekezdése helyesen a következő:

„— a bőrszázsból eredő sólé regenerálása megfelelő eljárásokkal, mint a száraz párlás vagy újrahasznosítás.”

— a 16. Fejezet C) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a felszíni vízbe, mint befogadóba történő bevezetés helyén (6) bekezdése helyesen a következő:

„(6) A szörmeggyártás szennyvizének elvezetése számára a $Toxicitás_{Hal}$ értéke $T_H = 4$.”

— a 16. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt (1) bekezdése helyesen a következő:

„(1) Az áztatás, meszesítés, mésztelenítés és a végső öblítés szennyvizének szulfidtartalma nem haladhatja meg a 2 mg/l-t, minősített pontmintával vagy kétórás átlagmintával mérve.”

— a 16. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt (2) bekezdése helyesen a következő:

„(2) A cserzésből, nedves kikészítésből, (semlegesítés, utócserzés, színezés, zsírozás), a végső öblítésből, valamint a rost-műbőr gyártásból származó szennyvíz összes króm tartalma az 1 mg/l-t nem lépheti túl, minősített pontmintával vagy 2 órás átlagmintával mérve.”

— a 16. Fejezet E) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a keletkezés helyén (1) bekezdés első mondata helyesen a következő:

„(1) A szörme zsírtalanítás szennyvizében csak a külön jogszabályban meghatározott halogén tartalmú oldószerek lehetnek, melyeket a jogszabályok használni engednek.”

— a 16. Fejezet E) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a keletkezés helyén (2) bekezdése helyesen a következő:

„(2) A szörmefestésből, pácolásból és öblítésből származó szennyvíz króm VI tartalma pontmintával mérve 0,05 mg/l-t nem haladhatja meg.”

— a 19. Fejezet A) Alkalmazási terület (2) bekezdése helyesen a következő:

„(2) Ez a fejezet nem vonatkozik a kocsz oltóvizére, valamint az indirekt hűtőrendszerekből és üzemi vízelőkészítésből elfolyó használt vízre.”

— a 19. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt pontja helyesen a következő:

„D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt

(1) A szennyvízre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt:

Megnevezés	Mértékegység	Minősített pontminta vagy 2 órás átlagminta
BTEX (benzol, toluol, etil-benzol, xilol)	g/t	0,03
Szulfidok	g/t	0,03
Policiklikus aromás szénhidrogének (PAH)	g/t	0,015
Fenolindex	g/t	0,15
Cianid könnyen felszabaduló	g/t	0,03
Toxicitás _{Hal}	T _H	2

(2) A termelésspecifikus (g/t) terhelési értékek a vízjogi engedélyben rögzített kokszolási kapacitásra vonatkoznak, kifejezve a 2 óra alatt feldolgozott szén tömegével, amelynek víztartalma 10%. Ha ennél kevesebb víz van a szénben a feldolgozáskor, akkor a kokszolási kapacitást erre a víztartalomra kell átszámítani. A szennyezőanyag-terhelést minősített pontmintával vagy 2 órás kevert mintából és a mintavétellel összhangban álló szennyvíz mennyiséggel kell meghatározni.”

— a 20. Fejezet C) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a felszíni vízbe, mint befogadóba történő bevezetés helyén (1) bekezdése helyesen a következő:

„(1) A szennyvízre vonatkozó követelmények a befogadóba történő bevezetés előtt:

Megnevezés	Minősített pontminta vagy 2 órás átlagminta mg/l
Dikromátos oxigénfogyasztás (KOI _k)	80
5 napos biokémiai oxigénigény (BOI ₅)	25
Összes szervetlen nitrogén (ammónium, nitrát, nitrit)	25
Összes foszfor	1,5
Összes alifás szénhidrogén (TPH)	3’’

— a 20. Fejezet C) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a felszíni vízbe, mint befogadóba történő bevezetés helyén (2) bekezdése helyesen a következő:

„(2) A minősített pontmintából vagy kétórás kevert mintából meghatározott kibocsátott KOI_k értékre 100 mg/l koncentráció engedhető meg, ha a közös üzemi szennyvíztisztító telepen a KOI_k terhelés legalább 80%-kal csökken. A KOI_k terhelés csökkenése az olajfogó elfolyó szennyvize és a biológiai tisztító fokozat elfolyó szennyvize KOI_k értékeinek arányára vonatkozik egy 24 óránál nem nagyobb reprezentatív időszakra.”

— a 20. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt (1) bekezdése helyesen a következő:

„(1) A szennyvízre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt:

Megnevezés	Minősített pontminta vagy 2 órás átlagminta mg/l	Pontminta mg/l
Fenolindex	0,15	
Adszorbeálható, szerves kötéstű halogének (AOX)		0,5
Szulfidok	0,6	
Cianid, könnyen felszabaduló		0,1’’

— a 21. Fejezet C) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a felszíni vízbe, mint befogadóba történő bevezetés helyén (1) bekezdése helyesen a következő:

„(1) Az A) rész (1) szakasz alatt felsorolt csoportok bármelyikének szennyvízére vonatkozó követelmények a befogadóba történő bevezetés előtt:

Megnevezés	Mértékegység	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
		Minősített pontminta vagy 2 órás átlagminta						
Dikromátos oxigénfogyasztás (KOI _k)	mg/l	100	150	100	—	—	70	100
	kg/t	—	—	—	0,6	4	—	—
Ammónia-ammónium nitrogén	mg/l	—	—	—	—	10	—	—
Nitrát nitrogén	kg/t	90	—	—	—	—	—	—
Szulfát	kg/t	—	—	—	600	1600	1200	—
Szulfid	mg/l	—	—	20	—	—	20	—
Összes vas	kg/t	—	—	—	—	0,5	—	—
Toxicitás _{Hal}	T _H	2	2	2	2	2	2	2’’

- a 21. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt (1) bekezdése helyesen a következő:
 „(1) Az A) rész (1) szakasz alatt felsorolt csoportok bármelyikének szennyvizére vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt:

Megnevezés	Mértékegység	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
		Minősített pontminta vagy 2 órás átlagminta						
Anilin	kg/t	—	—	—	—	0,2	—	—
Összes bárium	mg/l	—	—	2	—	—	—	—
Összes ólom	kg/t	0,04	—	—	—	—	—	—
Összes kadmium	mg/l	—	—	0,01	—	—	—	—
	kg/t	—	0,15	—	—	—	—	—
Összes króm	mg/l	—	—	—	—	—	—	0,5
	kg/t	0,03	—	—	—	—	0,02	—
Összes kobalt	mg/l	—	—	—	—	—	—	1
Összes réz	mg/l	—	—	—	—	—	—	0,5
Összes nikkel	mg/l	—	—	—	—	—	—	0,5
Szulfidok	mg/l	—	—	1	—	—	—	—
Összes cink	mg/l	5	2	2	—	—	—	0,5''

- a 25. Fejezet C) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények a felszíni vízbe, mint befogadóba történő bevezetés helyén (1) bekezdés 1. pontjának 3. mondata helyesen a következő:
 „(Gyógyszer alapanyag és készítmény gyártásnál a KOI_k határérték akkor vonatkozik, ha a szennyvíz hőmérséklete $\geq 5^\circ\text{C}$ a biológiai tisztító elfolyó szennyvizében.)”
- a 25. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt (1) bekezdés 1. pontjának felvezető mondata helyesen a következő:
 „1. Adszorbeálható szerves kötésű halogének, minősített pontminta vagy 2 órás átlagminta alapján (AOX):”
- a 30. Fejezet D) Szennyvízminőségre vonatkozó követelmények más szennyvizekkel való elkeveredés előtt (1) bekezdésének 4. számú lábjegyzete helyesen a következő:
 „4. Minősített pontminta.”

(Kézirathiba)

A Magyar Közlöny 2003. évi 159. számában kihirdetett, a környezetvédelmi felügyelőségek, a vízügyi felügyelet és a nemzeti park igazgatóságok illetékességi, valamint a környezetvédelmi és vízügyi igazgatóságok működési területéről szóló 26/2003. (XII. 30.) KvVM rendelet

- 2. számú mellékletének II. Közép-Duna-völgyi Vízügyi Felügyelet „Illetékességi területe a folyó- és tószabályozási, illetve árvízvédelmi vízügyi hatósági eljárásokban:” szövegrész b) pontja helyesen a következő:

„b) árvízvédelmi:

a Duna jobb part Pilismarót—Dunafüred között, a Duna bal part Szob—Dunaegyháza között, a Szentendrei-sziget és a Csepel-sziget védvonalai, a Zagya mindkét parti védvonalai Jobbágyi és Jászfelsőszentgyörgy között, és az Ipoly bal parti védvonalai.”

- 2. számú mellékletének III. Alsó-Duna-völgyi Vízügyi Felügyelet 1. pontja helyesen a következő:

„1. Bács-Kiskun megye — kivéve

Balotaszállás,

Bócsa,

Bugac,

Bugacpusztaháza,

Csölyospálos,

Fülpöpkab,

Gátér,

Harkakötöny,

Jászsztlászló,

Kecskemét,

Kelebia,

Kiskunhalas,

Kiskunmajs,

Kisszállás,

Kiskunfélegyháza,

Kömpöc,

Kunfehértó,

Kunszállás,

Lakitelek,

Nyárlőrinc,

Pálmonostora,

Petőfiszállás,

Szank,

Szentkirály (Lászlófalva),

Tiszaalpár,

Tiszakécske,

Tompa,

Városföld,

*Zsana
közigazgatási területét, továbbá
Baja város és
Érsekcsanak közigazgatási területének a Duna jobb partjára eső részét, valamint
Tiszaug közigazgatási területének a Tisza jobb partjára eső részét.”*

— 2. számú mellékletének III. Alsó-Duna-völgyi Vízügyi Felügyelet „Illetékességi területe a folyó- és tószabályozási, illetve árvízvédelmi vízügyi hatósági eljárásokban:” szövegrész *b)* pontja helyesen a következő:

*„b) árvízvédelmi:
a Duna bal part Solt—déli országhatár között;”*

— 2. számú mellékletének IV. Közép-dunántúli Vízügyi Felügyelet 4. pontja helyesen a következő:

*„4. Somogy megyéből
Balatonszabadi,
Kánya,
Siófok,
Siójut,
Tengőd
közigazgatási területe.”*

— 2. számú mellékletének IV. Közép-dunántúli Vízügyi Felügyelet 6. pontja helyesen a következő:

*„6. Bács-Kiskun megyéből
Baja város és
Érsekcsanak közigazgatási területének a Duna jobb partjára eső része.”*

— 2. számú mellékletének V. Dél-dunántúli Vízügyi Felügyelet 3. pontja helyesen a következő:

*„3. Somogy megye — kivéve
Balatonszentgyörgy,
Balatonszabadi,
Csákány,
Főnyed,
Hollád,
Iharosberény,
Inke,
Kánya,
Nagyszakácsi,
Nemesdéd,
Nemesvid,
Órtilos,
Pogányszentpéter,
Sávoly,
Siófok,
Siójut,
Somogysámson,
Somogysimonyi,
Somogyzsútfa,
Szegerdő,
Szőkedencs,
Tapsony,
Tengőd,
Tikos,
Varásló,
Vése,
Vörs*

*közigazgatási területét, továbbá
Marcali közigazgatási területének a Zala folyó vízgyűjtőjére eső részét Horvátkút lakott hellyel.”*

— 4. számú mellékletének III. Alsó-Duna-völgyi Környezetvédelmi és Vízügyi Igazgatóság 1. pontja helyesen a következő:

*„1. Bács-Kiskun megye — kivéve
Balotaszállás,
Bócsa,
Bugac,
Bugacpusztaháza,
Csólyospálos,
Fülöpjakab,
Gátér,
Harkakötöny,
Jászsztentlászló,
Kecskemét,
Kelebia,
Kiskunhalas,
Kiskunmajsa,
Kisszállás,
Kiskunfélegyháza,
Kömpöc,
Kunfehértó,
Kunszállás,
Lakitelek,*

Nyárlőrinc,
Pálmonostora,
Petőfiszállás,
Szank,
Szentkirály (Lászlófalva),
Tiszaalpár,
Tiszaécske,
Tompá,
Városhőd,
Zsana
közigazgatási területét, továbbá

Baja város és

Érsekcsanak közigazgatási területének a Duna jobb partjára eső részét.”

- 4. számú mellékletének IV. Közép-dunántúli Környezetvédelmi és Vízügyi Igazgatóság 4. pontja helyesen a következő:

„4. Somogy megyéből

Balatonszabadi,

Kánya,

Siófok,

Siójut,

Tengőd

közigazgatási területe.”

- 4. számú mellékletének V. Dél-dunántúli Környezetvédelmi és Vízügyi Igazgatóság 3. pontja helyesen a következő:

„3. Somogy megye — kivéve

Balatonszentgyörgy,

Balatonszabadi,

Csákány,

Főnyed,

Hollád,

Iharosberény,

Inke,

Kánya,

Nagyszakácsi,

Nemesdéd,

Nemesvid,

Órtilos,

Pogányszentpéter,

Sávoly,

Siófok,

Siójut,

Somogysámson,

Somogysimonyi,

Somogyisztf,

Szegedő,

Szőkedencs,

Tapsony,

Tengőd,

Tikos,

Varásló,

Vése,

Vörs

közigazgatási területét, továbbá

Marcali közigazgatási területének a Zala folyó vízgyűjtőjére eső részét Horvátkút lakott hellyel.”

(Kézirathiba)



ELŐFIZETÉSI FELHÍVÁS

Kormányrendelet felhatalmazása alapján jelenteti meg a Miniszterelnöki Hivatal a Magyar Közlöny mellékleteként a **HIVATALOS ÉRTESÍTŐT**. A lap hetente, szerdánként, tematikus főrészekben hitelesen közli a legfőbb állami, önkormányzati, társadalmi, gazdasági szervek, illetve szervezetek személyi, szervezeti, igazgatási és képzési, valamint a hírközlési tevékenység (frekvenciagazdálkodás, távközlés, postaügy, informatika) közleményeit, továbbá az üzleti élet híreit. Térítési díj ellenében közzé tesszük a Kincstári Vagyoni Igazgatóság vagyonértékesítési pályázatait, az állami, társadalmi, gazdasági szervezetek, parlamenti pártok, kamarák, helyi önkormányzatok, egyházak, különböző képviseletek közleményeit. Fizetett hirdetésként — akár színes oldalakon is — helyet kaphatnak az Értesítőben a gazdálkodó szervezetek, egyetemek, alapítványok, de magánszemélyek közérdeklődésre számot tartó közlései is.

Őszintén reméljük, hogy a hírek, információk, közlemények egy lapban történő pontos és rendszerezett formában való közreadásával sikerül hatékonyabbá és eredményesebbé tenni előfizetőink tájékozódását a hivatali és üzleti életben. Az érdeklődők számára egyéb hasznos információkat is nyújt a lap.

A lap előfizetésben megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadó 1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6. címen, levélcím: 1394 Budapest 62., Pf. 357; faxszám: 318-6668.

2004. évi éves előfizetési díja: 10 764 Ft áfával.

A **HIVATALOS ÉRTESÍTŐ** egyes számai megvásárolhatók a kiadó közlőnyboltjában: 1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6. Telefon/fax: 267-2780.

MEGRENDELŐ LAP

Megrendelem a **HIVATALOS ÉRTESÍTŐ** című lapot példányban, és kérem a következő címre kézbesíteni:

Megrendelő neve:

címe (város/község, irányítószám):

utca, házsám:

Ügyintéző (telefonszám):

2004. évi előfizetési díj fél évre 5382 Ft áfával ☐

egy évre 10 764 Ft áfával ☐

Számlát kérek a befizetéshez. ☐

Kérjük, a négyzetbe történő X bejelöléssel jelezze az előfizetés időtartamát.

Kelt.:

.....
cégszerű aláírás

ELŐFIZETÉSI FELHÍVÁS

A jogalkotásról szóló 1987. évi XI. törvény rendelkezik — többek között — a Magyar Köztársaság Kormánya hivatalos lapjának, a **Határozatok Tárá**nak megjelentetéséről.

A Határozatok Tárát szerkeszti a Miniszterelnöki Hivatal a Szerkesztőbizottság közreműködésével, évente mintegy 60 alkalommal jelenik meg.

A Határozatok Tára a Kormánynak azokat a határozatait (kétezres) közli, amelyeknek közzétételét a Kormány elrendelte, továbbá tartalmazza a miniszterelnök határozatait, a Miniszterelnöki Hivatal vezető miniszter határozatait, valamint a minisztériumok, az országos hatáskörű szervek, az önkormányzatok közleményeit, hirdetményeit, különféle tájékoztatóit, továbbá azokat a közleményeket stb., amelyeket a Miniszterelnöki Hivatal vezető miniszter engedélyez.

A Határozatok Tára megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadó címén (Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6.; postacím: 1394 Budapest 62, Pf. 357.) vagy a 318-6668 faxszámán.

Éves előfizetési díja 2004. évre: 16 836 Ft áfával.

Példányonként megvásárolható a kiadó közlőnyboltjában (1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6. Tel./fax: 267-2780).

MEGRENDELŐLAP

Megrendelem a

HATÁROZATOK TÁRA

című lapot példányban.

A megrendelő (cég) neve:

Címe (város, irányítószám):

Utca, házszám:

Az ügyintéző neve, telefonszáma:

A megrendelő (cég) bankszámlaszáma:

Előfizetési díj egy évre: 16 836 Ft áfával. ☐

fél évre: 8 418 Ft áfával. ☐

Csekket kérek a befizetéshez ☐

Kérjük, a négyzetbe történő X bejelöléssel jelezze az előfizetés időtartamát!

A megrendelt példányok ellenértékét a postaköltséggel együtt, a szállítást követő számla kézhezvétele után, 8 napon belül a Magyar Hivatalos Közlönykiadónak a számlán feltüntetett pénzforgalmi jelzőszámára átutaljuk.

Keltezés:

.....
cégszerű aláírás

ELŐFIZETÉSI FELHÍVÁS

A Magyar Hivatalos Közlönykiadó gondozásában 2004. január 1-jétől jelenik meg a Közbeszerzések Tanácsának hivatalos lapja, a

KÖZBESZERZÉSI ÉRTESÍTŐ

A Közbeszerzési Értesítő megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadó, Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6. címén (postacím: 1394 Budapest 62, Pf. 357.) vagy a 318-6668 faxszámán.

Éves előfizetési díja 2004. évre: 94 700 Ft, fél évre: 50 000 Ft, negyedévre: 26 100 Ft. Példányonként megvásárolható a kiadó közlőnyboltjában (1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6. Tel./fax: 267-2780).

MEGRENDELŐLAP

Megrendelem a

KÖZBESZERZÉSI ÉRTESÍTŐ

című lapot példányban, és kérem a következő címre kézbesíteni:

A megrendelő (cég) neve:

Címe (város/község, irányítószám):

Utca, házszám:

Az ügyintéző neve, telefonszáma:

Előfizetési díj egy évre 94 700 Ft ☐

 fél évre 50 000 Ft ☐

 negyedévre 26 100 Ft ☐

Csekket kérek a befizetéshez ☐

Kérjük, a négyzetbe történő X bejelöléssel jelezze az előfizetés időtartamát!

Keltezés:

.....
cégszerű aláírás

ELŐFIZETÉSI FELHÍVÁS

Az **Ellenőrzési Figyelő** az ellenőrzési és felügyeleti szakma egyedüli olyan, negyedévente megjelenő szakfolyóirata, amely a teljes szakterületet áttekinti. A lap a gazdálkodás területén dolgozó valamennyi szakember számára hasznos információkat tartalmaz, ezen túlmenően az önkormányzatok és a közigazgatási hivatalok szakmai, felügyeleti munkájával kapcsolatos cikkei révén ezen területek szakemberei számára is segítséget jelenthet a napi munkában. A lap szerkesztésében részt vesz a KEHI, az APEH, az ÁSZ, az ÁPV Rt, a Belügyminisztérium, a Gazdasági Minisztérium, az ORFK és a VPOP is.

Az **Ellenőrzési Figyelő** az ellenőrzési munka tapasztalatairól szóló esettanulmányok, az ellenőrzési és felügyeleti munka egy-egy területére vonatkozó összefoglaló értékelések, korszerű ellenőrzési módszertanok ismertetésével, nemzetközi kitekintéssel bővíti az ellenőrzés és a felügyelet területén dolgozó emberek és az ellenőrzöttek ismereteit is. Igen nagy érdeklődést keltenek a fontos és aktuális témákról tartott „Kerekasztal-beszélgetések” rovat és az ellenőrzési rendszer EU-csatlakozással összefüggő átalakításáról szóló cikkek. A lap rendszeresen tájékoztat a Magyar Pénzügyi-Gazdasági Ellenőrök Közhasznú Egyesület szakmai közéleti eseményeiről.

Az **Ellenőrzési Figyelő** szakmai fórumként kínálgat arra, hogy a minisztériumok, az ellenőrzési szervezetek és felügyeleti belső és külső szakmai kommunikációját segítse, munkatársainak szakmai ismereteit gyarapítsa, szakismeretét növelje.

Az **Ellenőrzési Figyelő** megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadó, Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6. címén (postacím: 1394 Budapest 62, Pf. 357.) vagy a 318-6668 faxszámán.

Éves előfizetés díja 2004. évre: 2484 Ft áfával, fél évre 1242 Ft áfával.

Példányonként megvásárolható a kiadó közlőboltjában (1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6.

Tel./fax: 267-2780).

MEGRENDELŐLAP

Megrendelem az

Ellenőrzési Figyelő

című lapot példányban, és kérem a következő címre kézbesíteni:

A megrendelő (cég) neve:

Címe (város/község, irányítószám):

Utca, házszám:

Az ügyintéző neve, telefonszáma:

A megrendelő (cég) bankszámlaszáma:

Előfizetési díj egy évre: 2484 Ft áfával ☐

fél évre: 1242 Ft áfával ☐

Kérjük, a négyzetbe történő X bejelöléssel jelezze az előfizetés időtartamát!

A megrendelt példányok ellenértékét a postaköltséggel együtt, a szállítást követő számla kézhezvétele után, 8 napon belül a Magyar Hivatalos Közlönykiadónak a számlán feltüntetett pénzforgalmi jelzőszámára átutaljuk.

Keltezés:

.....
cégszerű aláírás

Tisztelt Előfizetők!

Tájékoztatjuk Önöket, hogy a kiadónk terjesztésében levő lapokra és elektronikus kiadványokraszólóelőfizetésüketfolyamatosnak tekintjük. Csak akkor kell változást bejelenteniük a 2004. évre vonatkozó előfizetésre, ha a példányszámot, esetleg a címlistát módosítják, vagy új lapra szeretnének előfizetni (pontos szállítási, név- és utcacím-megjelöléssel).

Azesetlegesen módosítástszíveskedjenek levélben vagy faxon megküldeni.

Felhívjuk szíves figyelmüket, hogy a lapszállításról kizárólag az előfizetési díj beérkezését követően intézkedünk. Fontos, hogy az előfizetési díjakat a megadott 10300002-20377199-70213285 sz. számlára utalják, illetve a kiadó által kiküldött készpénz-átutalási megbízáson fizessékbe.

Készpénzes befizetés kizárólag a Közlönyboltban (1085 Budapest, Somogyi B. u. 6.) lehetséges. (Levélcím: Magyar Hivatalos Közlönykiadó, 1394 Budapest, 62. Pf. 357. Fax: 318-6668).

A 2004. évi előfizetési díjak

(Az árak az áfát tartalmazzák.)

Magyar Közlöny	73 140 Ft/év	Külgazdasági Értesítő	14 628 Ft/év
Hivatalos Értesítő	10 764 Ft/év	Munkügyi Közlöny	11 316 Ft/év
Határozatok Tára	16 836 Ft/év	Oktatási Közlöny	17 664 Ft/év
Önkormányzatok Közlönye	4 140 Ft/év	Pénzügyi Közlöny	23 184 Ft/év
Az Alkotmánybíróság Határozatai	14 076 Ft/év	Statistikai Közlöny	9 660 Ft/év
Bányászati Közlöny	3 588 Ft/év	Szociális Közlöny	11 316 Ft/év
Belügyi Közlöny	18 768 Ft/év	Turisztikai Értesítő	8 556 Ft/év
Egészségbiztosítási Közlöny	15 180 Ft/év	Ügyészségi Közlöny	4 968 Ft/év
Egészségügyi Közlöny	19 044 Ft/év	Vízügyi Értesítő	9 384 Ft/év
Ellenőrzési Figyelő	2 484 Ft/év		
Földművelésügyi és Vidékfejlesztési Értesítő	13 248 Ft/év	Házi Jogtanácsadó	3 588 Ft/év
Gazdasági Közlöny	17 664 Ft/év	Magyar Közigazgatás	6 900 Ft/év
Hírközlési Értesítő	4 692 Ft/év	Pénzügyi Szemle	16 836 Ft/év
Ifjúsági és Sport Értesítő	3 588 Ft/év	Nemzeti Kulturális Alapprogram Hírlevele	3 588 Ft/év
Igazságügyi Közlöny	11 868 Ft/év		
Informatikai és Hírközlési Közlöny	15 732 Ft/év	Élet és Tudomány	8 556 Ft/év
Környezetvédelmi Értesítő	10 764 Ft/év	Ludové Noviny	1 932 Ft/év
Közbeszerzési Értesítő	94 700 Ft/év	Neue Zeitung	3 588 Ft/év
Közlekedési Értesítő	17 940 Ft/év	Természet Világa	4 692 Ft/év
Kulturális Közlöny	14 076 Ft/év	Valóság	5 520 Ft/év

Tájékoztatjuk előfizetőinket, hogy 2004. január 1-jétől a Cégek Közlöny elektronikus formában (CD-n) jelenik meg.

Éves előfizetési díja: 73 500 Ft/év.

A CD-Jogász HIVATALOS JOGTÁR hatályos jogszabályok hivatalos számítógépes gyűjteményének 2004. évi éves előfizetési díjai:

(Áraink az áfát nem tartalmazzák.)

Önálló változat	48 000 Ft	25 munkahelyes hálózati változat	96 000 Ft
5 munkahelyes hálózati változat	62 400 Ft	50 munkahelyes hálózati változat	110 400 Ft
10 munkahelyes hálózati változat	78 720 Ft	100 munkahelyes hálózati változat	124 800 Ft

Egyszeri belépési díj: 6000 Ft.

Facsimile Magyar Közlöny. A hivatalos lap 2003-as évfolyama jelenik meg CD-n az eredeti külalak megőrzésével, de könnyen kezelhetően.

Hatályos jogszabályok online elérése: a naponta frissített adatbázis az interneten keresztül érhető el a **www.mhk.hu** címen. További információ kérhető a 06 (80) 200-723-as zöldszámon.

A Házi Jogtanácsadó című lap előfizetésben megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadó címen:

Budapest VIII., Somogyi B. u. 6. 1394 Bp. 62. Pf. 357 vagy faxon: 318-6668, vagy a www.mhk.hu/hj internetcímen található megrendelőlap.

Telefon: 266-9290/234, 235 mellék.

Éves előfizetési díja 3588 Ft/év

Szerkeszti a Miniszterelnöki Hivatal, a Szerkesztőbizottság közreműködésével.

A Szerkesztőbizottság elnöke: dr. Pulay Gyula. A szerkesztésért felelős: dr. Müller György. Budapest V., Kossuth tér 1—3.

Kiadja a Magyar Hivatalos Közlönykiadó. Felelős kiadó: dr. Kodala László elnök-vezérigazgató.

Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6. Telefon: 266-9290.

Előfizetésben megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadónál

Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6., 1394 Budapest 62. Pf. 357, vagy faxon 318-6668.

Előfizetésben terjeszti a Magyar Hivatalos Közlönykiadó a FÁMA Rt. közreműködésével. Telefon/fax: 266-6567.

Információ: tel./fax: 317-9999, 266-9290/245, 357 mellék.

Példányonként megvásárolható a kiadó Budapest VIII., Somogyi B. u. 6. (tel./fax: 267-2780) szám alatti közlönyboltjában, illetve megrendelhető a www.mhk.hu/kozlonybolt internetcímen.

2004. évi éves előfizetési díj: 73 140 Ft. Egy példány ára: 161 Ft 16 oldal terjedelemig, utána + 8 oldalanként + 161 Ft.

A kiadó az előfizetési díj évközből emelésének jogát fenntartja.

HU ISSN 0076—2407

04.0295 — Nyomja a Magyar Hivatalos Közlönykiadó Lajosmizsei Nyomdája. Felelős vezető: Burján Norbert.