

ПЪРВА ДИРЕКТИВА 80/1335/ЕИО НА КОМИСИЯТА

от 22 декември 1980 година

за сближаване на законодателството на държавите-членки относно методите за анализ, необходими за контрола върху състава на козметичните продукти

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаването на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Директива 76/768/ЕИО на Съвета от 27 юли 1976 г. за сближаване на законодателството на държавите-членки относно козметичните продукти¹, изменена с Директива 79/661/ЕИО², и в частност член 8, параграф 1,

като има предвид, че Директива 76/768/ЕИО предвижда официални проверки на козметичните продукти с цел да се установи спазването на условията, предвидени в разпоредбите на Общността относно състава на козметичните продукти;

като има предвид, че следва да се установят възможно най-бързо всички необходими за анализите методи; като има предвид, че определянето на методи за вземане на проби, за лабораторна обработка на пробите, за идентификация и дозировка на несвързания натриев и калиев хидроокиси, за идентификация и дозировка на оксаловата киселина и нейните алкални соли в продуктите за коса, за дозировка на хлороформа в пастите за зъби, на цинка и за идентификация и дозировка на фенолсулфоновата киселина представлява първия етап;

като има предвид, че мерките, предвидени в настоящата директива, са в съответствие със становището на Комитета за привеждане в съответствие с техническия прогрес на Директива 76/768/ЕИО,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Държавите-членки приемат всички необходими мерки с оглед официалните проверки на козметичните продукти:

- вземането на проби,
- лабораторната обработка на пробите,
- идентификацията и дозировката на несвързания натриев и калиев хидроокиси,

¹ ОВ L 262, 27.9.1976 г., стр. 169.

² ОВ L 192, 31.7.1979 г., стр. 35.

- идентификацията и дозировката на оксаловата киселина и нейните алкални соли в продуктите за коса,
- дозировката на хлороформа в пастите за зъби,
- дозировката на цинка,
- идентификацията и дозировката на фенолсулфоновата киселина

да се провеждат съгласно методите, описани в настоящото приложение.

Член 2

Държавите-членки въвеждат в сила законовите, подзаконовите и административните разпоредби, необходими за спазване на настоящата директива, най-късно до 31 декември 1982 година. Те незабавно уведомяват за това Комисията.

Член 3

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 22 декември 1980 година

За Комисията:

Richard BURKE

Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ

I. ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ОТ КОЗМЕТИЧНИТЕ ПРОДУКТИ

1. ПРЕДМЕТ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Настоящият документ описва условията и реда за вземане на проби от козметичните продукти с оглед техния анализ в различните лаборатории.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

2.1. Изходна проба:

единица, взета от предназначенията за продажба партида.

2.2. Обща проба:

съвкупността от всички изходни проби, обозначени с един и същ номер на партида.

2.3. Лабораторна проба:

представителна част от общата проба, предназначена за анализ в лаборатория.

2.4. Тест-проба:

представителна част от лабораторната проба, необходима за един анализ.

2.5. Съд:

предмет, който може да съдържа продукта и е в непрекъснат пряк контакт с този продукт.

3. ПРОЦЕДУРА ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

3.1. Пробите от козметичните продукти се вземат в техните оригинални опаковки и неотворени се изпращат на аналитичната лаборатория.

3.2. За козметичните продукти, които се продават на пазара в насипно състояние или на дребно в опаковки, които се различават от оригиналната опаковка на производителя, трябва да се издават подходящи инструкции за вземането на проби в мястото на употреба или на продажба.

3.3. Аналитичният метод и броят на анализите, които всяка лаборатория трябва да извърши, определят броя на изходните проби, необходими за приготвянето на лабораторната проба.

4. ИДЕНТИФИКАЦИЯ НА ПРОБИТЕ

- 4.1. Вземаните проби трябва да се запечатат на мястото на вземане на пробите (**) и да се идентифицират съгласно действащите предписания в държавата-членка, където е извършено вземането на проби (***).
- 4.2. Всяка взета изходна проба трябва да съдържа следните обозначения:
- наименование на козметичния продукт,
 - дата, час и място на вземане на пробата,
 - име на лицето, което отговаря за вземането на пробата,
 - наименование на органа, който осъществява контрола.
- 4.3. Трябва да се състави протокол за вземането на проби съгласно предписанията, действащи в съответната държава-членка.
5. СЪХРАНЕНИЕ НА ПРОБИТЕ
- 5.1. Изходните проби трябва да се съхраняват при предписаните от производителя условия върху етикета .
- 5.2. При липсата на специални предписания, всички проби трябва да се съхраняват на тъмно при температура между 10° C и 25° C.
- 5.3. Изходните проби трябва да се отварят само при започване на анализа.

II. ОБРАБОТКА НА ЛАБОРАТОРНИТЕ ПРОБИ

1. ОБЩИ ПОЛОЖЕНИЯ
- 1.1. Всяка от изходните проби се анализира и ако количеството е недостатъчно, се анализира минимален брой изходни проби, предварително добре смесени.
- 1.2. Отваря се съд в атмосфера от инертен газ, ако е посочен в аналитичния метод, и възможно най-бързо се взема необходимия брой тест-проби. Анализът трябва да се извърши в най-кратки срокове. Ако пробата трябва да се съхранява, внимателно се затваря съда в атмосфера от инертен газ.
- 1.3. Козметичните продукти могат да се предлагат в три състояния: течен, полутвърд, твърд.
- Възможно е козметичните продукти, първоначално опаковани в хомогенна форма, впоследствие да преминат в повече фази, отговарящи на цитираните по-горе състояния. В този случай те следва да се хомогенизират.
- 1.4. Ако козметичен продукт е опакован във форма, поради която неговата обработка съгласно настоящите разпоредби става невъзможна и която не е предвидена в методите за анализ, може да се следва специална процедура при условие, че тя бъде описана в аналитичния доклад.

2. ТЕЧНО СЪСТОЯНИЕ

2.1. В това състояние се срещат, в частност, такива продукти като: тоалетна вода, лосион, разтвор, мляко, които могат да бъдат опаковани във флакони, бутилки, ампули или тубички.

2.2. Тест-проба:

- съдът се разклаща енергично преди отваряне,
- съдът се отваря,
- изливат се няколко милилитра от течността в изпитвателна епруветка, за да се изследват визуално нейните характеристики с оглед вземането на проба,
- съдът се затваря или
- вземат се необходимите за анализа тест-проби,
- съдът се затваря.

3. ПОЛУТВЪРДО СЪСТОЯНИЕ

3.1. В това състояние се срещат, в частност, такива продукти като крем, емулсия, гел, които могат да бъдат опаковани в туби, пластмасови флакони, бурканчета.

3.2. Тест-проба:

Възможни са два случая:

3.2.1. Съд с тесни отвори (туба, пластмасов флакон). Отстранява се най-малко първият сантиметър от продукта за анализ. Взема се тест-пробата и веднага след това съдът се затваря.

3.2.2. Съд с широко гърло (бурканче). Повърхностният слой се отстранява с леко остъргване. Взема се тест-пробата и веднага след това съдът се затваря.

4. ТВЪРДО СЪСТОЯНИЕ

4.1. В това състояние се срещат, в частност, такива продукти като пудри, компактни пудри, щифт, калъпи, които могат да бъдат опаковани в кутии или капсули.

4.2. Тест-проба:

Възможни са два случая:

4.2.1. Пудра. Преди отпечатване или отваряне пудрата се разклаща внимателно, ако е възможно. Отваря се и се взема тест-пробата.

4.2.2. Компактна пудра или щифт. Повърхностният слой се отстранява с леко остъргване и се взема тест-пробата.

5. ПРОДУКТИ В ОПАКОВКИ ПОД НАЛЯГАНЕ

5.1. Тези продукти са определени в член 2 от Директива 75/324/ЕИО на Съвета от 20 май 1975 година ¹.

5.2. Тест-проба

След енергично разклащане, представителна част от съдържимото на съда се прехвърля с помощта на съединителен елемент в прозрачен стъклен флакон с пластмасово покритие, снабден с вентил. Флаконът не съдържа сифонна тръбичка. В специални случаи методът на анализ може да предвижда други преливници. Възможни са тогава четири случая:

5.2.1. съдържимото е хомогенен разтвор: то е готово за анализ;

5.2.2. съдържимото се състои от две течни фази: анализът на всяка от фазите може да се извърши след преливането на долната фаза във втори флакон. Тази фаза често е водна и не съдържа пропелант (случай буган/вода). В този случай, при прехвърлянето гърлото на флакона (фигура 4) трябва да е насочена надолу;

5.2.3. съдържимото се състои от пудра в суспензия: след отстраняване на пудрата може да се анализира течната фаза;

5.2.4. пяна: в преливния флакон предварително се прехвърля дадено количество (чрез претегляне) от 2-метоксиетанол (приблизително 5 до 10 грама). По време на дегазирането 2-метоксиетанолът предотвратява образуването на пяна; тогава е възможно да се отделят пропелантите без загуба на течност.

5.3. Апаратура

Съединителният елемент Р 1 (фигура 1) е изработен от дуралуминий или от месинг. Конструкцията му е пригодна за различни типове вентили с помощта на полиетиленов адаптор. Той е даден като пример; могат да се използват други свързващи устройства (фигури 2 и 3).

Преливният флакон е от бяло стъкло (фигура 4), отвън покрито със защитен слой от прозрачен пластмасов материал. Неговата вместимост е от 50 до 100 милилитра. Той е снабден с вентил, но няма сифонна тръбичка

5.4. Начин на работа

За прехвърлянето на достатъчно количество продукт е необходимо преливният флакон да се освободи от съдържащия се в него въздух. За целта с помощта на

¹ ОВ L 147, 9.6.1975 г., стр. 40.

съединителния елемент се вкарват приблизително 10 мл дихлородифлуорметан или бутан (според естеството на изследвания продукт), след което напълно се дегазира до изчезването на течната фаза, като флаконът се държи с вентила нагоре. Сваля се съединителният елемент и се претегля преливният флакон ("а" грама). Разклаща се енергично съда, от който трябва да се вземе проба. Съединителният елемент се монтира на вентила на съда (поставен с вентила нагоре), преливният флакон (надолу с гърлото) се наглася върху съединителния елемент и се натиска. Преливният флакон се напълва до около две трети.

Ако прехвърлянето спре преждевременно поради изравняване на наляганията, то може да се възстанови чрез охлаждане на преливния флакон. Отстранява се свързващият елемент и се претегля напълненият флакон ("b"), за да се определи масата на прехвърления продукт m_1 ($m_1 = b - a$).

Така получената проба може да се използва:

- за обичайния химически анализ,
- за анализ на летливите вещества чрез газова хроматография.

5.4.1. Химически анализ

Извършват се следните манипулации, като преливният флакон се държи нагоре с гърлото:

- Дегазиране. Ако дегазирането предизвика образуването на пяна, да се използва преливен флакон, съдържащ точно претеглено количество (5 до 10 грама) 2-метоксиетанол, въведено с помощта на спринцовка, през свързващото устройство.
- Завършва се количественото отстраняване на летливите вещества чрез разклащане във водна баня, с поддържана температура 40° C. Свързващият елемент се откачва.
- Претегляне ("с" грама), за да се определи масата на остатъка m_2 ($m_2 = c - a$). За изчисляването на теглото на остатъка да се отчита, според случая, количеството на въведения 2-метоксиетанол.
- Преливният флакон се отваря чрез снемане на вентила,
- Остатъкът се разтваря напълно в известно количество подходящ разтворител.
- Извършва се предвидената дозировка върху аликвотна част.

Формулите за изчисляване:

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

където:

m_1 = маса на продукта, прехвърлен в преливния флакон,

m_2 = маса на остатъка след загряване до 40° C,

r = процент на веществото, дозирано в m_2 (определен с подходящ метод),

R = процент на веществото, дозирано в целия продукт,

Q = обща абсолютна маса на веществото, дозирано в целия продукт,

P = нетна маса на целия опакован продукт преди началото на манипулациите.

5.4.2. Анализ на летливите вещества чрез газова хроматография

5.4.2.1. Принцип

От преливния флакон се изтегля подходящо количество течност с помощта на газхроматографска спринцовка. Съдържанието на спринцовката се инжектира в хроматографа.

5.4.2.2. Апаратура

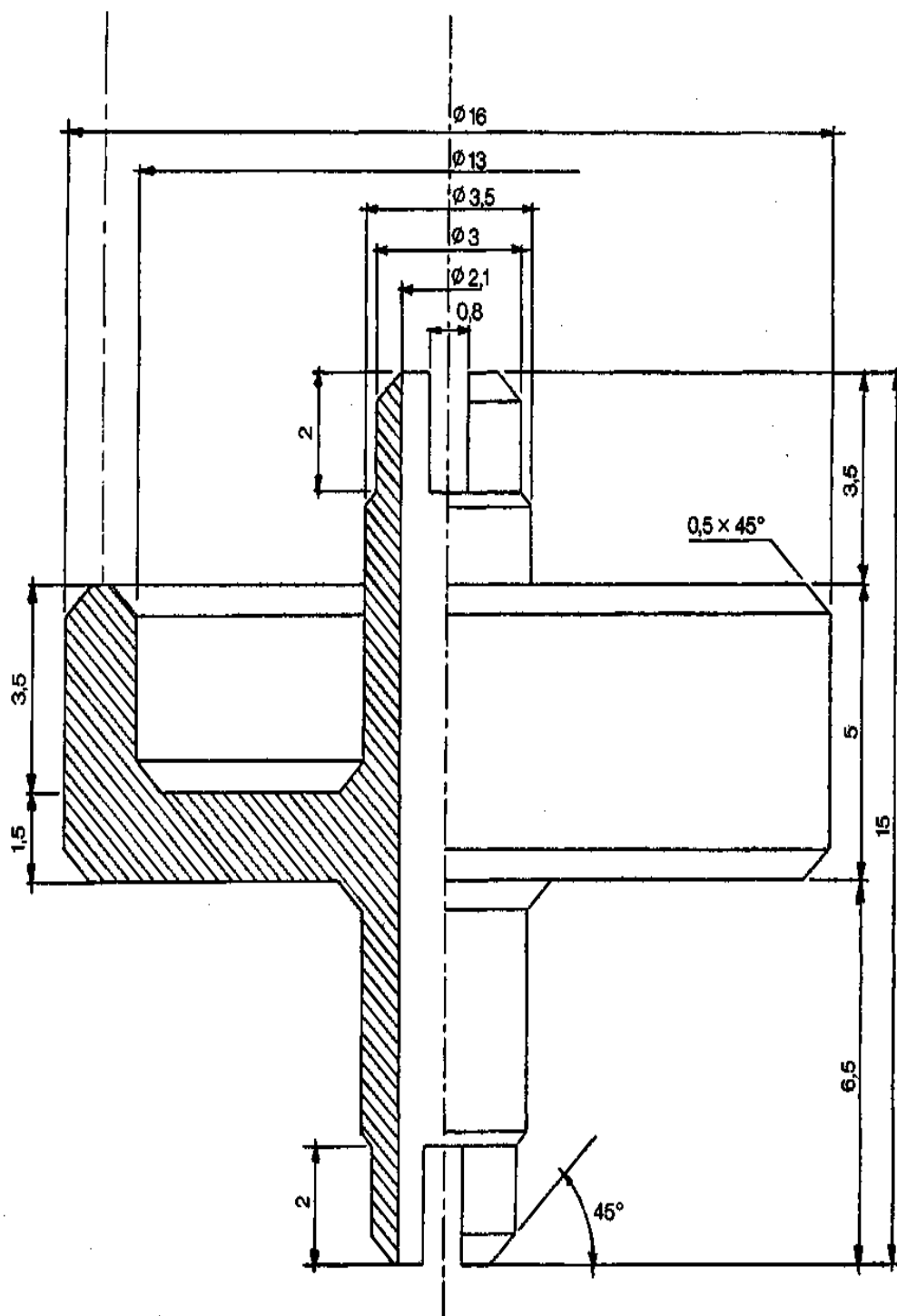
Газхроматографска спринцовка (фигура 5). Точност на вземане на проба серия A2 или равностойна спринцовка. Спринцовката е снабдена с плъзгащ вентил откъм страната на иглата. Спринцовката се свързва с преливния флакон посредством свързващия елемент откъм страната на флакона и полиетиленова тръбичка (дължина 8 мм, вътрешен диаметър 2,5 мм) откъм страната на спринцовката.

5.4.2.3. Начин на работа

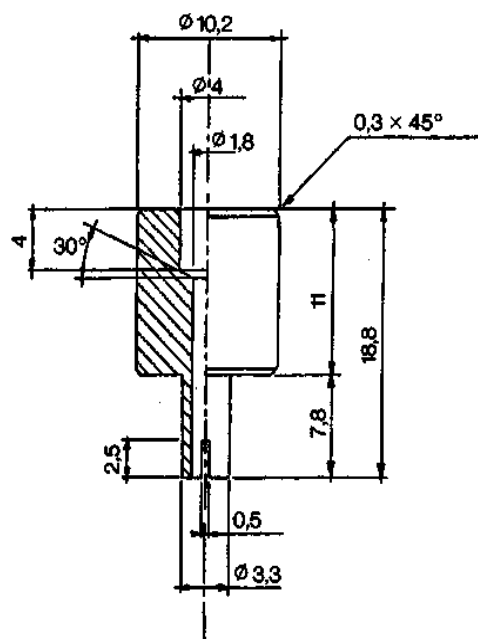
След като е прехвърлено подходящо количество от продукта в преливния флакон, спринцовката се свързва с преливния флакон както е посочено в точка 5.4.2.2. При отворен вентил се засмуква подходящо количество течност. Газовите мехурчета се отстраняват чрез неколккратно задвижване на буталото (ако е необходимо, спринцовката се охлажда). Когато спринцовката съдържа течност без мехурчета, вентилът се затваря и спринцовката се отделя от преливния флакон. В него се поставя игла и след вкарване в инжектора на газовия хроматограф, вентилът се отваря и се инжектира.

5.4.2.4. Вътрешен еталон

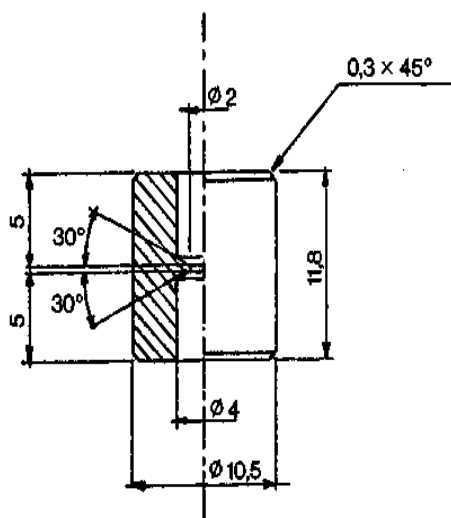
Ако е необходимо да се използва вътрешен еталон, същият може да се въведе в преливния флакон с помощта на спринцовка през свързващия елемент.



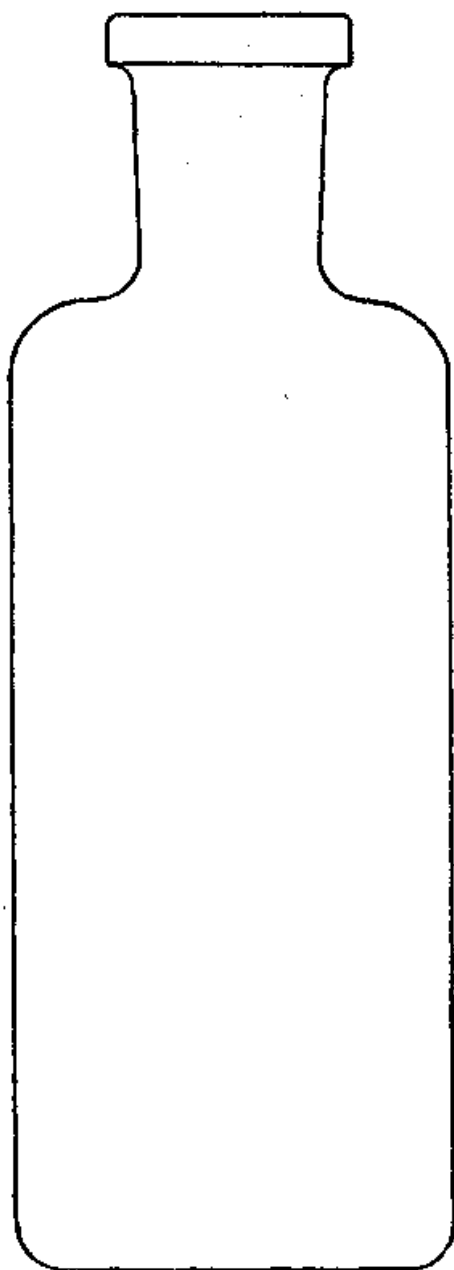
Фигура 1
Свързващо устройство P1



Фигура 2
Свързващо устройство M_2 за прехвърляне между “мъжки” и “женски” вентил

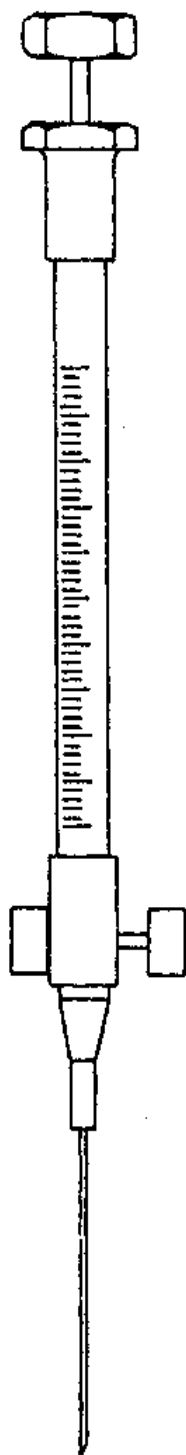


Фигура 3
Свързващо устройство M_1
за прехвърляне между два “мъжки” вентила



Фиг. 4

**Преливен флакон
вместимост 50 до 100 мл**



Фигура 5
Газхроматографска спринцовка

III. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ДОЗИРОВКА НА НЕСВЪРЗАНИ НАТРИЕВИ И КАЛИЕВИ ХИДРООКСИДИ

1. ПРЕДМЕТ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Методът описва процеса, който дава възможност да се идентифицират козметичните продукти, съдържащи значителни количества несвързани натриеви и/или калиеви хидрооксиди и да се дозират тези несвързани натриеви и/или калиеви хидрооксиди в препаратите за изправяне на косъма и разтворителите за живееца на ноктите.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Несвързаният натриев и калиев хидрооксид се определя като обема стандартна киселина, необходим за неутрализирането на продукта при определени условия, като полученото количество се изразява под формата на несвързан натриев хидрооксид.

3. ПРИНЦИП

Пробата се разтваря или диспергира във вода и се титрува със стандартна киселина. Измененията в стойността на рН се записват едновременно с добавянето на киселината: за елементарен разтвор на натриев или калиев хидрооксиди край на титруването отговаря на нетното изменение на рН.

Кривата на нормално титруване може да се променя от наличието на:

- а) амоняк и други слаби органични основи, които самите те представляват по-скоро равна крива на титруване. В този случай амонякът се отстранява чрез изпаряване при понижено налягане, но при стайна температура;
- б) соли на слаби киселини, което може да породи крива на титруване с множество точки на инфлексия. В този случай само първата част на кривата до първата от тези точки на инфлексия отговаря на неутрализацията на хидроксилните йони, произлизащи от несвързания натриев или калиев хидрооксид.

Препоръчва се друг процес на титруване в алкохол, когато е посочено, че съществува прекомерна интерференция на солите на слаби неорганични киселини.

Въпреки че теоретично е възможно да се открият други разтворими силни основи, такива като литиев хидроокис или четвъртичен амониев хидроокис, които дават повишен рН, тяхното наличие в този тип козметичен продукт е твърде невероятно.

4. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

4.1. Реактиви

4.1.1. Стандартен алкално-буферен рН 9,18 при 25° С: 0,05 М разтвор на натриев тетраборат.

4.2. Апаратура

4.2.1. Стандартно лабораторно оборудване

4.2.2. рН метър, за предпочитане със самописец

4.2.3. Стъклен електрод

4.2.4. Стандартен каломелов референтен електрод

4.3. Начин на работа

Измервателният уред се проверява с помощта на еталонния буферен разтвор (4.1.1). Приготвя се разтвор или дисперсия от 10% на анализирания продукт, във вода, и се филтрира. Измерва се рН. Ако рН е равно или по-голямо от 12, необходимо е да се извърши дозировка.

5. ДОЗИРОВКА

5.1. Титруване във водна среда.

5.1.1. Реактиви

5.1.1.1. Разтвор 0,1 N на титрувана солна киселина.

5.1.2. Апаратура

5.1.2.1. Стандартно лабораторно оборудване

5.1.2.2. Измервател на рН, за предпочитане със самописец

5.1.2.3. Стъклен мембранен електрод

5.1.2.4. Стандартен каломелов референтен електрод

5.1.3. Начин на работа

В бехерова чаша от 150 мл се претегля прецизно тест-проба между 0,5 и 1 грама. При наличието на амоняк се добавят няколко стъклени гранули, бехеровата чаша се поставя във вакуум-ексикатор и амонякът се извежда с помощта на водна помпа докато престане да се долавя мириса на амоняк (около три часа).

Добавят се 100 милилитра вода, остатъкът се разтваря или диспергира и титрува с 0,1 N разтвор на солна киселина (точка 5.1.1.1) като се записват измененията на рН (точка 5.1.2.2).

5.1.4. Изчисляване

Върху кривите на титруване се идентифицират точките на инфлексия. В местоположението на първата точка на инфлексия при стойностите на рН под 7, там пробата не съдържа натриев или калиев хидроксид.

При наличие върху кривата на две или повече точки на инфлексия, под внимание се взема само първата от тях.

Отбелязва се обема на изходния разтвор за титруването при тази първа точка на инфлексия.

Нека V да представлява въпросния обем на изходния разтвор за титруването в милилитри, а M да представлява теглото на аналитичната проба в грама.

Съдържанието на натриев и/или калиев хидроокис в пробата, изразено като % m/m натриев хидроокис, се изчислява с помощта на формулата:

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

Може да стане така, че независимо от признаците за наличие на значително количество натриев и/или калиев хидроокис, кривата на титруване да не открои ясно изразена точка на инфлексия. В този случай следва наново да се направи дозировка в изопропанол.

5.2. Титруване в изопропанол.

5.2.1. Реактиви

5.2.1.1. Изопропанол

5.2.1.2. 1,0 N стандартен воден разтвор на солна киселина

5.2.1.3. 0,1 N разтвор на солна киселина в изопропанол, приготвен непосредствено преди неговата употреба чрез разреждане на 1,0 N воден разтвор на солна киселина с изопропанол.

5.2.2. Апаратура

5.2.2.1. Стандартно лабораторно оборудване

5.2.2.2. рН метър, за предпочитане със самописец

5.2.2.3. Стъклен мембранен електрод

5.2.2.4. Стандартен каломелов сравнителен електрод

5.2.3. Начин на работа

В 150-милилитрова бехерова чаша се претегля прецизно тест-проба между 0,5 и 1,0 грама. При наличие на амоняк, се добавят няколко гранули за успокояване на кипенето, бехеровата чаша се поставя във вакуум-ексикатор и амонякът се извежда с помощта на водна помпа докато се престане да се долавя мириса на амоняк (около три часа).

Добавят се 100 мл изопропанол, остатъкът се разтваря или диспергира и се титрува с 0,1 N разтвор на солна киселина в изопропанол (точка 5.2.1.3), като се записват измененията на привидната стойност на рН (точка 5.2.2.2).

5.2.4. Изчисляване

Както в точка 5.1.4. първата точка на инфлексия е при привидна стойност на рН около 9.

5.3. Повторяемост (1)

За съдържание на натриев или калиев хидроокис до 5% m/m като натриев хидроокис, разликата между резултатите от две паралелни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да превишава абсолютната стойност от 0,25 %.

IV. ДОЗИРОВКА И ИДЕНТИФИКАЦИЯ НА ОКСАЛОВАТА КИСЕЛИНА И НЕЙНИТЕ АЛКАЛНИ СОЛИ В ПРОДУКТИТЕ ЗА КОСА

1. ПРЕДМЕТ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Описаният по-долу метод е подходящ за дозировка и идентификация на оксаловата киселина и нейните алкални соли в продуктите за коса.

Той може да се използва за получаване на безцветни водни/алкохолни разтвори и лосиони, които съдържат около 5% оксалова киселина или еквивалентно количество алкален оксалат.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържимото на пробата от оксалова киселина и/или алкални соли тази киселина, определено съгласно този метод, се изразява в масови проценти оксалова киселина.

3. ПРИНЦИП

След отстраняването на всички присъстващи анионни повърхностноактивни вещества с р-толуидин хидрохлорид, оксаловата киселина и/или оксалатите се утаяват като калциев оксалат, след което разтворът се филтрира. След това утайката се разтваря в сярна киселина и се титрува с калиев перманганат.

4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

4.1. Разтвор на амониев ацетат от 5% (m/m)

4.2. Разтвор на калциев хлорид от 10% (m/m)

4.3. Етанол от 95% (v/v)

4.4. Тетрахлорметан

4.5. Диетилов етер

4.6. Разтвор на р-толуидин хидрохлорид от 6-8% (m/m)

4.7. Разтвор на калиев перманганат 0,1 N

4.8. Сярна киселина от 20% (m/m)

- 4.9. Солна киселина от 10% (m/m)
- 4.10. Натриев ацетат 3 Н О (трихидрат)

⁽¹⁾ Съгласно стандарт ISO/DIS 5725.

- 4.11. Ледена оцетна киселина
- 4.12. Сярна киселина (1:1)
- 4.13. Наситен разтвор на бариев хидроокис

5. АПАРАТУРА

- 5.1. Делителни фунии, 500 мл
- 5.2. Бехерови чаши, 50 мл и 600 мл
- 5.3. Стъклени филтрувални тигели, G-4
- 5.4. Мерителни цилиндри, 25 мл и 100 мл
- 5.5. Пипети, 10 мл.
- 5.6. Смукателни колби, 500 мл
- 5.7. Водоструйна помпа
- 5.8. Термометър, градуиран от 0 и 100° С
- 5.9. Магнитна бъркалка с нагревател
- 5.10. Пръчки за магнитната бъркалка с тефлоново покритие
- 5.11. Бюрета, 25 мл
- 5.12. Конични колби, 250 ml

6. НАЧИН НА РАБОТА

- 6.1. В 50-милилитрова бехерова чаша се претеглят между 6 и 7 грама от пробата, стойността на рН се довежда до 3 с помощта на разредена солна киселина (точка 4.9) и в делителна фуния се промива със 100 милилитра

дестилирана вода. Добавят се последователно: 25 милилитра етанол (точка 4.3), 25 милилитра разтвор на р-толуидин хидрохлорид (точка 4.6) и 25 до 30 милилитра тетрахлорметан (точка 4.4), след което сместа се разклаща енергично.

- 6.2. След разделяне на фазите, се отстранява долната (органична) фаза и екстракцията се повтаря с помощта на упоменатите в точка 6.1 реактиви, след което отново се отстранява органичната фаза.
 - 6.3. Водният разтвор се излива в 600-милилитрова бехерова чаша и се отстраняват всички възможни остатъци от тетрахлорметан чрез кипене на разтвора.
 - 6.4. Добавят се 50 милилитра разтвор на амониевия ацетат (точка 4.1), разтворът се довежда до кипене (точка 5.9) и с разбъркване в кипящия разтвор се добавят 10 милилитра горещ разтвор на калциев хлорид (точка 4.2); оставя се да се отдели утайката.
 - 6.5. Проверява се дали утаяването е приключило чрез добавяне на няколко капки разтвор на калциев хлорид (точка 4.2), оставя се да изстине на стайна температура, след което се разбърква в 200 милилитра етанол (точка 4.3); (точка 5.10) оставя се да престои в продължение на 30 минути.
 - 6.6. Течността се филтрира през стъклен филтрувален тигел (точка 5.3), утайката се прехвърля с малко количество гореща вода (50 до 60° C) във филтрувалния тигел и се промива със студена вода.
 - 6.7. Утайката се промива пет пъти с малко етанол (точка 4.3) и още пет пъти с малко диетилов етер (точка 4.5), след което утайката се разтваря в 50 милилитра гореща сярна киселина (точка 4.8) чрез изтегляне на последната през филтрувалния тигел при понижено налягане.
 - 6.8. Разтворът се прехвърля без загуби в конична колба (точка 5.11) и се титрува с разтвор на калиев перманганат (точка 4.7) до появата на светлорозово оцветяване.
7. ИЗЧИСЛЯВАНЕ

Изразеното в масови проценти съдържание на оксалова киселина в пробата се изчислява по формулата:

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

където:

A = изразходваното количество 0,1 N разтвор на калиев перманганат, измерен съгласно точка 6.8;

E = взетото за анализ количество от пробата в грама (точка 6.1);

4.50179 = коефициента на превръщане за оксаловата киселина.

8. ПОВТОРЯЕМОСТ ¹

За съдържание на оксалова киселина около 5% (^m/_m), разликата между резултатите от две паралелни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да превишава абсолютната стойност от 0,15%.

9. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

9.1. Принцип

Оксаловата киселина и/или оксалатите се утаяват като калциев оксалат и се разтварят в сярна киселина. Към разтвора се прибавя известно количество разтвор на калиев перманганат, който се обезцветява и предизвиква образуване на въглероден двуокис. При прекарване на образувалия се въглероден двуокис през разтвор на бариев хидроокис се предизвиква образуването на млечнобяла утайка от бариев карбонат.

9.2. Начин на работа

9.2.1. Част от предназначенията за анализ проба се обработва по описания в точки 6.1 до 6.3 начин; така ще се отстранят всички налични детергенти.

⁽¹⁾ Съгласно стандарт ISO/DIS 5725.

9.2.2. Добавя се натриев ацетат на върха на шпатулата (точка 4.10) до около 10 милилитра от получения разтвор в съответствие с точка 9.2.1 и разтворът се подкислява с няколко капки ледена оцетна киселина (точка 4.11).

9.2.3. Добавя се 10% разтвор на калциев хлорид (точка 4.2) и се извършва филтриране. Утайката от калциевия оксалат се разтваря в 2 милилитра сярна киселина (1:1) (точка 4.12).

9.2.4. Разтворът се прехвърля в епруветка и на капки се добавят около 0,5 милилитра 0,1 N разтвор на калиев перманганат (точка 4.7). Ако има

наличие на оксалат, разтворът се обезцветява, отначало постепенно, а след това бързо.

- 9.2.5. Веднага след добавянето на калиевия перманганат, над епруветката се поставя подходяща стъклена тръбичка със запушалка, съдържанието слабо се нагрява и образуващият се въглероден двуокис се събира в наситен разтвор на бариев хидроокис (точка 4.13). Образуването, след три до пет минути, на млечнобял облак бариев карбонат свидетелства за наличието на оксалова киселина.

V. ДОЗИРОВКА НА ХЛОРОФОРМ В ПАСТИТЕ ЗА ЗЪБИ

1. ПРЕДМЕТ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод описва дозировката на хлороформ в пастите за зъби чрез газова хроматография. Методът е подходящ за дозировка на хлороформ до 5%.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на хлороформ, определено съгласно този метод, се изразява в масови процента от продукта.

3. ПРИНЦИП

Пастата за зъби се суспендира в смес от диметилформамид и от метанол, към която в качеството на вътрешен стандарт се добавя известно количество ацетонитрил. След центрофугиране част от течната фаза се подлага на газхроматографско изследване и се изчислява съдържанието на хлороформа.

4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

- 4.1. Порапак Q или хромосорб 101 или еквивалентен (80 до 100 меша)
- 4.2. Ацетонитрил
- 4.3. Хлороформ
- 4.4. Диметилформамид
- 4.5. Метанол

4.6. Разтвор на вътрешен стандарт

В 50-милилитров пикнометър с пипета се накапват 5 мл диметилформамид (точка 4.4) и след точно претегляне се добавят около 300 мг (М милиграма) ацетонитрил. Долива се до марката с диметилформамид и се разбърква.

4.7. Разтвор за определяне на относителния коефициент на реакция. В 10-милилитров пикнометър с пипета се накапват точно 5 мл от разтвора на вътрешния стандарт (точка 4.6) и след точно претегляне се добавят около 300 мг (М1 милиграма) хлороформ. Долива се до марката с диметилформамид и се разбърква.

5. АПАРАТУРА

5.1. Аналитична везна

5.2. Газов хроматограф с пламъчно йонизационен детектор

5.3. Микроспринцовка от 5 или 10 микролитра, с деления 1/10

5.4. Градуирани пипети от 1, 4 и 5 мл

5.5. Мерителни колби от 10 и 50 мл

5.6. Епруветки от около 20 мл с капачки на винт. Вътрешността на капачката е снабдена с пластична плака, с тефлоново покритие от едната страна.

5.7. Центрофуга

6. НАЧИН НА РАБОТА

6.1. Условия за газхроматографското изследване

6.1.1. Материал на колоната: стъкло, спирално

Дължина: 150 см

Вътрешен диаметър: 4 мм

Външен диаметър: 6 мм

6.1.2. Пълнеж: порapak Q, хромосорб 101 или еквивалентен 80 до 100 меша (точка 4.1)

6.1.3. Детектор: пламъчно йонизационен

Неговата чувствителност се настройва така, че след инжектиране на 3 микролитра на разтвора 4,7, височината на пика на ацетонитрила да покрива около три четвърти от цялата скала.

6.1.4. Газове: вектор: азот, дебит 65 мл/мин.

допълнителен: водород

Дебитът на влизащите в пламъчно йонизационния детектор газове се регулира така, че дебитът на въздуха или на кислорода да бъде от пет до десет пъти по-голям от дебита на водорода.

6.1.5. Температури

Инжектор 210° C

Детектор 210° C

Колона 175° C

6.1.6. Самописец

Скорост: 100 сантиметра на час

6.2. Приготвяне на пробата

Тест-пробата се взема от неотваряна тубичка. Отстранява се една трета от съдържимото, я отново на тубичката, смесва се внимателно в тубичката и тогава се взема тест-пробата.

6.3. Дозировка

6.3.1. В снабдена с резбова капачка тубичка (точка 5.6) с точност до 10 мг се претеглят между 6 и 7 грама (Мо грама) от приготвената в съответствие с точка 6.2 паста за зъби и се добавят три малки стъклени перли.

6.3.2. С пипета в тубичката се прехвърлят точно 5 милилитра от разтвора на вътрешния стандарт (точка 4.6), 4 милилитра диметилформамид (точка 4.4) и 1 милилитър метанол (точка 4.5), тубичката се затваря и съдържанието се хомогенизира.

6.3.3. Разклаща се в продължение на половин час с помощта на механичен вибратор и центрофугиране на затворената тубичка в продължение на 15 минути при такава скорост, която дава възможност за ясно разделяне на фазите.

Забележка: Понякога е възможно течната фаза да остане мътна след центрофугирането. Това донякъде може да се коригира като се добави между 1 и 2 грама натриев хлорид към течната фаза, после се утаи и повторно се центрофугира.

6.3.4. От този разтвор (точка 6.3.3) се впръскват 3 мкл при описаните в точка 6.1 условия. Операцията се повтаря. За гореописаните условия, като ориентировъчни стойности могат да се посочат следните времена на задържане:

метанол приблизително една минута,

ацетонитрил приблизително 2,5 минути,

хлороформ приблизително шест минути,

диметилформамид >15 минути.

6.3.5. Определяне на относителния коефициент на реакция

За определянето на този коефициент се впръскват 3 мкл от разтвор 4.7. Операцията се повтаря. Относителният коефициент на реакция се определя ежедневно.

7. ИЗЧИСЛЕНИЕ

7.1. Изчисляване на относителната реакция

7.1.1. Измерва се височината и ширината при полувисочината на пиковете на ацетонитрила и хлороформа и се изчислява площта на двата пика чрез формулата: височина x ширина при полувисочината.

7.1.2. Определя се площта на пиковете на ацетонитрила и хлороформа върху хроматограмите, получени в съответствие с точка 6.3.5 и се изчислява относителната реакция f_s с помощта на следната формула:

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

където:

f_s = относителния коефициент на реакция за хлороформа,

A_s = площта на пика на хлороформа (6.3.5.);

A_i = площта на пика на ацетонитрила (6.3.5.);

M_s = количеството хлороформ в мг за 10 мл от посочения в точка 6.3.5 разтвор (= M_1);

M_i = количеството ацетонитрил в мг за 10 мл от посочения в точка 6.3.5 разтвор(= 1/10 M).

Изчислява се средноаритметичната стойност на получените показания.

7.2. Изчисляване на съдържанието на хлороформ.

7.2.1. В съответствие с точка 7.1.1 се изчислява площта на пикове на хлороформа и на ацетонитрила върху хроматограмите, получени с помощта на описаните в точка 6.3.4 процедури,.

7.2.2. Съдържанието на хлороформ в зъбната паста се изчислява с помощта на следната формула:

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

където:

% X = изразеното в масови проценти съдържание на хлороформ в пастата за зъби;

A_s = площта на пика на хлороформа (6.3.4.);

A_i = площта на пика на ацетонитрила (6.3.4.);

M_{sx} = масата в мг на пробата, посочена в точка 6.3.1 (=1000 · M_o);

M_i = количеството ацетонитрил в мг за 10 мл от разтвора, получен в съответствие с точка 6.3.2 (= 0,1M).

Изчислява се средноаритметичната на получените стойности и резултатът се изразява с точност до 0,1%.

8. ПОВТОРЯЕМОСТ ¹

За съдържание на хлороформ от 3% (^m/m), разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да превишава абсолютната стойност от 0,3%.

¹ Съгласно стандарт ISO/DIS 5725.

VI. ДОЗИРОВКА НА ЦИНК

1. ПРЕДМЕТ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод е подходящ за дозировка на цинк, присъстващ под формата на хлорид, сулфат или 4-хидроксibenзолсулфонат, или комбинация от няколко от тези цинкови соли в козметичните продукти.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на цинк в пробата се определя гравиметрично като бис(2-метил-8-хинолилов окис) и се изразява в масови проценти цинк в пробата.

3. ПРИНЦИП

Съдържащият се в разтвора цинк се утаява в киселинна среда като цинков бис(2-метил-8-хинолилов окис). След филтриране, утайката се суши и претегля.

4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота..

4.1. 25% (m/m) концентриран амоняк, $d_4^{20} = 0,91$

4.2. Ледена оцетна киселина

4.3. Амониев ацетат

4.4. 2-метилхинолин-8-ол

4.5. 6 % (m/v) амонячен разтвор

В 1 000-милилитров пикнометър се прехвърлят 240 г концентриран амоняк (точка 4.1), долива се до марката с дестилирана вода и се разбърква.

4.6. 0,2 М разтвор на амониев ацетат

15,4 г амониев ацетат (точка 4.3) се разтварят в дестилирана вода, долива се до марката в 1 000-милилитров пикнометър и се разбърква.

4.7. Разтвор на 2-метилхинолин-8-ол

5 г 2-метилхинолин-8-ол се разтварят в 12 милилитра ледена оцетна киселина и съдържанието се прехвърля с дестилирана вода в 100-

милилитров пикнометър. Долива се до марката с дестилирана вода и се разбърква.

5. АПАРАТУРА

- 5.1. Мерителни колби, 100 и 1 000 мл
- 5.2. Бехерови чаши, 400 мл
- 5.3. Мерителни цилиндри, 50 и 150 мл
- 5.4. Градуирани пипети, 10 мл
- 5.5. Стъклени филтрувални тигели G-4
- 5.6. Дюарови съдове, 500 мл
- 5.7. Водоструйна помпа
- 5.8. Термометър, градуиран от 0 и 100 °C.
- 5.9. Ексикатор с подходящ сушилен агент и индикатор за влажност, например силикагел или негов еквивалент
- 5.10. Сушилня, регулирана за температура от $150 \pm 2^\circ \text{C}$.
- 5.11. pH метър
- 5.12. Нагревателна плоча

6. НАЧИН НА РАБОТА

- 6.1. В 400-милилитрова бехерова чаша се прехвърлят между 5 и 10 г (М грама) от предназначената за анализ проба, съдържащи около 50 до 100 мг цинк и 50 мл дестилирана вода и сместа се разбърква.
- 6.2. На всеки 10 мг, съдържащ се в разтвора (точка 6.1) цинк, се добавят по 2 мл разтвор на 2-метилхинолин-8-ол (точка 4.7) и сместа се разбърква.
- 6.3. Сместа се разрежда със 150 милилитра дестилирана вода, температурата на сместа се довежда до 60°C (точка 5.12) и се добавят 45 мл 0,2 М разтвор на амониев ацетат (точка 4.6) при непрекъснато разбъркване.
- 6.4. pH на разтвора се довежда до от 5,7 до 5,9 с 6% амонячен разтвор (4.5) при непрекъснато разбъркване; за измерване на pH на разтвора се използва pH метър.

- 6.5. Разтворът се оставя да престои 30 минути. Филтрира се с помощта на водоструйна помпа през филтрувален тигел G-4, който е бил подсушен предварително (150° C) и претеглен след охлаждане (M₀ грама) и утайката се промива със 150 мл дестилирана вода при 95° C.
- 6.6. Тигелът се поставя в сушилня, регулирана на 150° C, и се суши един час.
- 6.7. Тигелът се изважда от сушилната пещ, поставя се в ексикатор (5.9) и, след охлаждане до стайна температура, се определя масата (M₁ грама).

7. ИЗЧИСЛЕНИЕ

Съдържанието на цинк в пробата се изчислява в масови проценти (%m/m) по формулата:

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

където:

M = масата, в грама, на пробата, взета в съответствие с 6.1;

M₀ = масата, в грама, на празния и сух филтрувален тигел (6.5);

M₁ = масата, в грама, на филтрувалния тигел с утайка (6.7).

8. ПОВТОРЯЕМОСТ ¹

За съдържание на цинк от порядъка на 1% (m/m) разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да превишава абсолютната стойност от 0,1% .

VII. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ДОЗИРОВКА НА 4-ХИДРОКСИБЕНЗОЛСУЛФОНОВА КИСЕЛИНА

1. ПРЕДМЕТ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод е подходящ за идентификация и дозировка на 4-хидроксibenзолсулфоновата киселина в козметични продукти, като аерозоли и лосиони за лице.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

¹ Съгласно стандарт ISO/DIS 5725.

Съдържанието на 4-хидроксибензолсулфонова киселина, определено в съответствие с този метод, се изразява в масови проценти безводен цинков 4-хидроксибензолсулфонат в продукта.

3. ПРИНЦИП

Предназначената за анализ проба се концентрира при понижено налягане, разтваря се във вода и се пречиства чрез екстракция с хлороформ. Определянето на 4-хидроксибензолсулфоновата киселина се извършва йодометрично върху аликвотна част от филтрирания воден разтвор.

4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

4.1. 36 % (m/m) концентрирана солна киселина, $d_4^{20} = 1,18$

4.2. Хлороформ

4.3. Бутан-1-ол

4.4. Ледена оцетна киселина

4.5. Калиев йодид

4.6. Калиев бромид

4.7. Натриев карбонат

4.8. Сулфанилова киселина

4.9. Натриев нитрит

4.10. 0,1 N калиев бромат

4.11. 0,1 N разтвор на натриев тиосулфат

4.12. 1% (m/v) воден разтвор на скорбяла

4.13. 2% (m/v) воден разтвор на натриев карбонат

4.14. 4,5% (m/v) воден разтвор на натриев нитрит

4.15. 0,05% (m/v) разтвор на дитизон в хлороформ

4.16. Проявяващ разтворител: бутан-1-ол/ледена оцетна киселина/вода (4:1:5 обемни части); след смесване в делителната фуния се отстранява долната фаза.

4.17. Реактив на *Pauly*

4,5 грама сулфанилова киселина (точка 4.8) се разтваря в 45 мл концентрирана солна киселина (точка 4.1) при подгряване и разтворът се разрежда с вода до 500 мл. Охлаждат се 10 мл от разтвора в кювета с леденостудена вода и при разбъркване се добавят 10 мл студен разтвор на натриев нитрит (точка 4.14). Разтворът се оставя да престои 15 минути при 0° C (при тази температура разтворът остава стабилен от един до три дни) и непосредствено преди напръскването (точка 7.5) се добавят 20 мл разтвор на натриеви карбонат (точка 4.13).

4.18. Готови целулозни плаки за тънкослойна хроматография; формат 20 x 20 см, дебелина на слоя на адсорбента 0,25 мм;

5. АПАРАТУРА

5.1. Облодънни колби със запушалки от шлифовано стъкло, 100 мл

5.2. Делителна фуния, 100 мл

5.3. Конична колба с шлифована стъклена запушалка, 250 мл

5.4. Бюрета, 25 мл

5.5. Газови пипети, 1, 2 и 10 мл

5.6. Градуирана пипета, 5 мл

5.7. Микроспринцовка, 10 мкл с деления от по 0,1 мкл

5.8. Термометър, градуиран от 0 до 100° C

5.9. Водна баня, снабдена с подгряващ елемент

5.10. Сушилня, с добра вентилация и регулирана на 80° C

5.11. Стандартна апаратура за тънкослойна хроматография

6. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБАТА

Описаният по-долу метод за идентификация и дозировка на хидроксibenзолсулфонова киселина в аерозоли предвижда използване на

остатък, получен при изпускането от аерозолната опаковка на разтворителите и горивните вещества, които се изпаряват при нормално налягане.

7. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

- 7.1. С помощта на микроспринцовка (точка 5.7) по 5 мкл от остатък (6) или пробата се нанасят във всяка от шестте точки върху стартовата линия на разстояние 1 см от долния ръб на плаката за тънкослойна хроматография (точка 4.18).
- 7.2. Плаката се поставя в хроматографска вана, която вече съдържа проявяващия разтворител (точка 4.16) и се проявява, докато фронтът на разтворителя достигне 15 см от стартовата линия.
- 7.3. Плаката се изважда от ваната и се суши при 80° С до пълното изпаряване на оцетната киселина. Плаката се напръсква с разтвор на натриев карбонат (точка 4.13) и се суши на въздух.
- 7.4. Половината от плаката се покрива със стъклена плоча и непокритата част се напръсква с 0,05% разтвор на дитизон (точка 4.15). Появата на червеноморави петна върху хроматограмата свидетелства за наличието на цинкови йони.
- 7.5. Напръсканата половина от плаката се покрива със стъклена плоча и другата половина се напръсква с реактива на Pauly (точка 4.17). Наличието на 4-хидроксibenзолсулфонова киселина се доказва чрез появата на жълто-кафяво петно с R_f стойност около 0,26, а наличието на жълто петно с R_f стойност около 0,45 върху хроматограмата свидетелства за наличието на 3-хидроксibenзолсулфонова киселина.

8. ДОЗИРОВКА

- 8.1. В 100-милилитрова облодънна колба се претеглят 10 г от пробата или остатъкът (6) и съдържанието се изпарява до почти сухо състояние на вакуумротационен изпарител на водна баня, поддържана при 40° С.
- 8.2. С пипета в колбата се прехвърлят 10,0 мл (V_1 ml) вода и остатъкът от изпаряването (точка 8.1) се разтваря чрез нагряване.
- 8.3. Разтворът се прехвърля количествено в делителна фуния (точка 5.2) и водният разтвор се екстрахира два пъти с 20-милилитрови части хлороформ (точка 4.2). След всяко екстрахиране фазата на хлороформа се изхвърля.
- 8.4. Водният разтвор се филтрира през нагънат филтър. В зависимост от очакваното съдържание на хидроксibenзолсулфонова киселина, с пипета в

250-милилитрова конична колба (точка 5.3) се прехвърлят от 1,0 до 2,0 милилитра (V₂) от филтрата и се разреждат с вода до 75 мл.

- 8.5. Добавя се 2,5 мл 36 % солна киселина (точка .1) и 2,5 г бромид (точка 4.6), разбърква се и разтворът се загрява до 50° С на водна баня.
- 8.6. С бюрета се добавя 0,1 N калиев бромат (точка 4.10), докато разтворът, който е все още при 50° С, стане жълт.
- 8.7. Добавят се нови 3,0 мл от разтвора на калиевия бромат (точка 4.10), колбата се затваря и се оставя да престои 10 минути на водна баня при 50° С.

Ако след 10 минути разтворът се обезцвети, се добавят още 2,0 мл от разтвора на калиевия бромат (точка 4.10), колбата се затваря и се загрява 10 минути на водна баня при 50° С. Записва се общото количество на добавения разтвор на калиев бромат (а).

- 8.8. Разтворът се охлажда до стайна температура, добавят се 2 г калиев йодид (точка 4.5) и се разбърква.
- 8.9. Отделеният йод се титрува с 0,1 N разтвор на натриев тиосулфат (точка 4.11). В края на титруването се добавят няколко капки разтвор на скорбяла (точка 4.12) като индикатор. Записва се количеството на употребения натриев тиосулфат (б).

9. ИЗЧИСЛЕНИЕ

Съдържанието на цинков хидроксibenзолсулфонат в пробата или в остатъка (б) се изчислява в масови проценти (%m/m) по следната формула:

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

където:

a = общото количество, в милилитри, на добавения 0,1 N разтвор на калиев бромат (точка 8.7),

b = количеството, в милилитри, на употребения за обратното титруване 0,1 N разтвор на натриев тиосулфат (точка 8.9),

m = количеството от анализирания продукт или остатък, в милиграми (точка 8.1),

V_1 = обемът на получения в съответствие с точка 8.2 разтвор, изразено в милилитри,

V_2 = обемът на разтворения остатък от изпаряването, употребен за анализа (точка 8.4), изразен в милилитри.

Забележка: По отношение на аерозолите, резултатът от измерването в % (m/m) на остатъка (6) трябва да се превърне в проценти от оригиналния продукт. За това превръщане се прави справка за правилата за вземане на проби от аерозоли.

10. ПОВТОРЯЕМОСТ (1)

За съдържание на цинков хидроксибензолсулфонат около 5%, разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да превишава абсолютната стойност от 0,5%.

11. ТЪЛКУВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

По смисъла на разпоредбите на Директива 76/768/ЕИО на Съвета относно козметичните продукти, максимално разрешената концентрация на цинковия 4-хидроксибензолсулфонат в лосионите за лице и в дезодорантите е 6% (m/m). Тази формулировка означава, че наред със съдържанието на хидроксибензолсулфоновата киселина, трябва да се определя и съдържанието на цинк. Умножаването на изчисленото съдържание на цинковия хидроксибензолсулфонат (точка 9) с коефициент 0,1588 дава минималното съдържание на цинк в % (m/m), което трябва да присъства теоретично в продукта с оглед на измереното съдържание на хидроксибензолсулфоновата киселина. Действително измереното по гравиметричен път съдържание на цинк (виж съответните разпоредби) може, обаче, да бъде по-високо, тъй като а козметичните продукти могат да съдържат и цинков хлорид и цинков сулфат.