

## ВТОРА ДИРЕКТИВА 82/434/ЕИО НА КОМИСИЯТА

от 14 май 1982 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 продукти<sup>1</sup>, последно изменена и допълнена с Директива 79/661/ЕИО<sup>2</sup>, и по-специално 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 общностните разпоредби относно състава на козметичните продукти;

като има предвид, че следва да се установят възможно най-бързо всички необходими за целите на анализите методи; като има предвид, че първата стъпка към реализирането на тази цел вече бе предприета чрез определянето на някои методи в Директива 80/1335/ЕИО на Комисията<sup>3</sup>, а втората стъпка се състои в определянето на методи за идентификация на някои окислителни агенти и дозировка на водородния прекис в козметичните продукти за коса, идентификация и полуколичествена дозировка на някои окислителни багрила в боите за коса, идентификация и дозировка на нитрит, идентификация и дозировка на несвързания формалдеhid, дозировка на резорцин в шампоаните и лосионите за коса и дозировка на метанол по отношение на етанол или пропан-2-ола;

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

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

### *Член 1*

Държавите-членки предприемат всички необходими мерки, за да гарантират, че в хода на официалните проверки на козметичните продукти:

- идентификацията на окислителните агенти и дозировката на водородния прекис в продуктите за коса,
- идентификацията и полуколичествената дозировка на някои оксидиращи багрила в боите за коса,
- идентификацията и дозировката на нитрит,
- идентификацията и дозировката на несвързания формалдеhid,

<sup>1</sup> ОВ L 262, 27. 9. 1976 г., стр. 169.

<sup>2</sup> ОВ L 192, 31. 7. 1979 г., стр. 35.

<sup>3</sup> ОВ L 383, 31. 12. 1980 г., стр. 27.

- дозировката на резорцин в шампоаните и лосионите за коса, и
- дозировката на метанол по отношение на етанол или пропан-2-ола

се извършват съгласно описаните в приложението методи.

### *Член 2*

Държавите-членки, най-късно на 31 декември 1983 г., въвеждат в сила необходимите закони, подзаконови или административни разпоредби, за да се съобразят с настоящата директива.

Държавите-членки незабавно уведомяват Комисията за това.

### *Член 3*

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 14 май 1982 година.

*За Комисията:*

**Karl-Heinz NARJES**

*Член на Комисията*

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### I. ИДЕНТИФИКАЦИЯ НА ОКИСЛИТЕЛНИ АГЕНТИ И ДОЗИРОВКА НА СЪДЪРЖАНИЕТО НА ВОДОРОДНИЯ ПРЕКИС В ПРОДУКТИТЕ ЗА КОСА

#### ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Йодометричната дозировка на водородния прекис в козметичните продукти е възможна само при липсата на всякакъв друг оксидиращ агент, които образуват йод от йодидите. Поради това, преди всяко йодометрично определяне на водородния прекис, е необходимо да се открият и идентифицират останалите евентуално налични окислителни агенти. Тази идентификация се извършва на два етапа; първият се отнася до персулфатите, броматите и водородния прекис, а вторият - до бариевия прекис.

#### A. ИДЕНТИФИКАЦИЯ НА ПЕРСУЛФАТИТЕ, БРОМАТИТЕ И ВОДОРОДНИЯ ПРЕКИС

##### 1. ПРИНЦИП

Натриевият персулфат, калиевият персулфат и амониевият персулфат калиевият бромат, натриевият бромат и водородният прекис, независимо от това дали произхожда или не от бариевия прекис, се идентифицират по метода на низходящата хартиена хроматография с помощта на два проявяващи разтворителя.

##### 2. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

2.1. 0,5 % (m/v) водни контролни разтвори на следните съединения:

2.1.1. Натриев персулфат

2.1.2. Калиев персулфат

2.1.3. Амониев персулфат

2.1.4. Калиев бромат

2.1.5. Натриев бромат

2.1.6. Водороден прекис

2.2. Проявяващ разтворител А, 80 % (v/v) етанол

2.3. Проявяващ разтворител Б, бензол-метанол-3-метил бутан-1-ол-вода (34:38:18:10 обемни)

2.4. Проявител А, 10 % (m/v) воден разтвор на калиев йодид

2.5. Детектор Б, 1 % (m/v) воден разтвор на нишесте

2.6. Детектор В, 10 % (m/m) солна киселина

2.7. 4N солна киселина

##### 3. АПАРАТУРА И ОБОРУДВАНЕ

3.1. Хроматографска хартия (Хартия Whatman № 3 и № 4 или еквивалентна)

3.2. Микропипета, 1 мкл

3.3. Пикнометри, 100 мл

3.4. Нагънати филтри

3.5. Апаратура за низходяща хартиена хроматография

##### 4. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБАТА

4.1. Водоразтворими продукти

От всяка проба се приготвят два разтвора чрез разтваряне на съответно 1 и 5 г от продукта в 100 мл вода. За провеждане на хартиена хроматография в съответствие с точка 5 се използва по 1 мкл от всеки от така приготвените разтвори.

#### 4.2. Частично разтворими във вода продукти

4.2.1. Претеглят се 1 г и 5 г от пробата и се диспергират в 50 мл вода, всяка една се долива до 100 мл с вода се разбърква. Двете дисперсии се филтрират посредством нагънат филтър (точка 3.4) и от всеки от филтратите се използва по 1 мкл за провеждането на описаната в точка 5 хартиена хроматография.

4.2.2. От всяка проба се приготвят отново две дисперсии чрез диспергиране на 1г и 5 г в 50 мл вода, извършва се подкисляване с разредена солна киселина (точка 2.7), долива се с вода до 100 мл и се разбърква. Дисперсиите се филтрират посредством нагънат филтър (точка 3.4) и от всеки от филтратите се използва по 1 мкл за провеждането на описаната в точка 5 хартиена хроматография.

#### 4.3. Кремове

Извършва се диспергиране на 5 г и 20 г от всеки от продуктите в 100 мл вода и така получените дисперсии се използват за провеждането на описаната в точка 5 хартиена хроматография.

### 5. ПРОЦЕДУРА

5.1. В две различни хроматографски камери се слагат подходящи количества от проявяващи разтворители А (точка 2.2) и Б (точка 2.3) за провеждане на низходяща хартиена хроматография. С пари от разтворителите се извършва насищане на хроматографските камери в продължение на 24 часа .

5.2. Върху предназначенията за хроматографията хартиена лента (Whatman № 3 или еквивалентна) с дължина 40 см и ширина 20 см (точка 3.1), или друг подходящ формат, във всяка от изходните позиции се нанасят по 1 мкл от разтвора от едната проба и единия от приготвените в съответствие с точка 4 и точка 2.1 еталонни разтвори, и разтворите се изпаряват във въздуха.

5.3. Хроматографската лента (точка 5.2) се поставя в хроматографската вана, запълнена с проявяващ разтворител (точка 5.1) и се извършва развиване до придвижване на фронта на разтворителя с 35 см (около 15 часа).

5.4. Описаните в точка 5.2 и точка 5.3 процедури се повтарят с хроматографска хартия (Whatman № 4 или еквивалентна) (точка 3.1) и с проявяващ разтворител Б. Хроматографира се до придвижване на фронта на разтворителя с 35 см (около пет часа).

5.5. След проявяването, хроматограмите се изваждат и сушат на въздуха.

5.6. Петната върху хроматограмите се открояват чрез последователно напръскване с:  
5.6.1. детектор А (точка 2.4), последвано наскоро след това от напръскване с детектор Б (точка 2.5). Петната на персулфатите ще се появят първи върху хроматограмата, след което ще се появят петната на водородния прекис. Петната се очертават с молив.

5.6.2. детектор В (точка 2.6) върху хроматограмите, получени в съответствие с точка 5.6.1. Върху хроматограмата се появяват сиво-синкавите петна, които показват наличието на броматикоито.

5.7. При горепосочените условия, отнасящи се до проявяващите разтворители А (точка 2.2) и Б (точка 2.3),  $R_f$  стойностите на еталонните разтвори (точка 2.1) са приблизително както следва:

	Проявяващ разтворител А (2.2)	Проявяващ разтворител Б (2.3)
Натриев персулфат	0,40	0,10
Калиев персулфат	0,40	0,02 + 0,05

Амониев персулфат	0,50	0,10 + 0,20
Натриев бромат	0,40	0,20
Калиев бромат	0,40	0,10 + 0,20
Водороден прекис	0,80	0,80

## Б. ИДЕНТИФИКАЦИЯ НА БАРИЕВИЯ ПРЕКИС

### 1. ПРИНЦИП

Наличието на бариев прекис се идентифицира от една страна с образуването на водороден прекис след подкисляването на пробата (заглавие А, точка 4.2) и от друга страна, с наличието на бариеви йони:

- в отсъствието на персулфати (заглавие А), чрез добавяне на разрежена сярна киселина към част от киселия разтвор на пробата (заглавие Б, точка 4.1), в резултат на което се образува бял преципитат от бариев сулфат. Наличието на бариеви йони в пробата (заглавие Б, точка 4.1) и в този случай се потвърждава с хартиена хроматография по описания по-долу метод (заглавие Б, точка 5),
- когато има едновременно наличие на бариев прекис и персулфати (заглавие Б, точка 4.2), чрез изваряване на остатъка от разтвора (заглавие Б, точка 4.2) в алкална среда; след разтваряне в солна киселина, наличието на бариевите йони се потвърждава в разтвора на стопилката (заглавие Б, точка 4.2.3) по метода на хартиената хроматография и/или чрез утаяване като бариев сулфат.

### 2. РЕАКТИВИ

- 2.1. Метанол
- 2.2. Концентрирана солна киселина 36 % (m/m)
- 2.3. Солна киселина 6N
- 2.4. Сярна киселина 4N
- 2.5. Динатриева сол на родизоновата киселина
- 2.6. Бариев хлорид ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ )
- 2.7. Безводен натриев карбонат
- 2.8. Воден разтвор на бариев хлорид 1 % (m/v)
- 2.9. Проявяващ разтворител, състоящ се от метанол, концентрирана солна киселина (концентрация 36 %) и вода (80:10:10 обемно съотношение)
- 2.10. Детектор, 0,1 % (m/v) воден разтвор на динатриева сол на родизоновата киселина, приготвя се непосредствено преди употреба

### 3. АПАРАТУРА И ОБОРУДВАНЕ

- 3.1. Микропипета, 5  $\mu$ l
- 3.2. Платинени тигели
- 3.3. Пикнометъри от 100 млмл
- 3.4. Хроматографска хартия Schleicher и Schull 2043b или еквивалентна. Хартията се почиства чрез проявяване за една нощ в ваната за низходящо хроматографиране (заглавие А, точка 3.5), съдържаща проявяващ разтворител (заглавие Б, точка 2.9), и подсушаване.
- 3.5. Нагънат филтър
- 3.6. Обичайната апаратура за низходящата хартиена хроматография

#### 4. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБАТА

##### 4.1. Продукти, в които няма персулфати

4.1.1. 2 г от продукта се диспергират в 50 мл вода и рН на дисперсията се довежда до около 1 с помощта на солна киселина (заглавие Б, точка 2.3).

4.1.2. Дисперсията се прехвърля с вода в 100-милилитровия пикнометър, долива се до марката с вода и се разбърква. Така приготвената дисперсия се използва за анализ чрез хартиена хроматография анализ, описан в точка 5, и за откриването на бария посредством преципитацията на сулфата.

##### 4.2. Продукти, в които има наличие на персулфати

4.2.1. Диспергират се 2 г от продукта в 100 мл вода и се филтрират.

4.2.2. Към изсушения остатък се прибавя натриев карбонат (заглавие Б, точка 2.7) в количество, седем до десет пъти по-голямо от теглото на остатъка, разбърква се и сместа се стапя в платинен тигел (заглавие Б, точка 3.2) в продължение на половин час.

4.2.3. Охлажда се до стайна температура, стопилката се разтваря в 50 мл вода и се филтрира (заглавие Б, точка 3.5).

4.2.4. Остатъкът от стопилката се разтваря в солна киселина (заглавие Б, точка 2.3) и се долива с вода до 100 мл. Този разтвор се използва за провеждане на описаната в точка 5 хартиена хроматография за откриването на бария чрез утаяване на сулфата.

#### 5. ПРОЦЕДУРА

5.1. Подходящо количество от проявяващия разтворител (заглавие Б, точка 2.9) се поставя във ваната за възходяща хартиена хроматография и се извършва насищане на ваната в продължение на най-малко 15 часа.

5.2. Върху три стартови точки върху лист хроматографската хартия – обработена предварително по начина, описан в заглавие Б, точка 3.4 – се нанасят по 5 мкл от всеки от разтворите, приготвени в съответствие с заглавие Б, точка 4.1.2 и заглавие Б, точка 4.2.4, и еталонния разтвор заглавие Б, точка 2.8.

5.3. Пробата се изсушава на въздуха и петната се идентифицират. Хроматографира се до достигане на фронта на разтворителя с 30 см в посока нагоре.

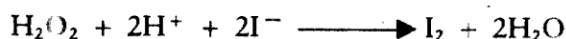
5.4. Хроматограмата се изважда от ваната и се изсушава на въздуха.

5.5. Петната върху хроматограмата се открояват чрез напръскване на хартията с проявител заглавие Б, точка 2.10. при наличие на барий, върху хроматограмата се появяват червени петна с  $R_f$  стойност около 0,10.

### В. ДОЗИРОВКА НА ВОДОРОДЕН ПРЕКИС

#### 1. ПРИНЦИП

Йодометричното определяне на водородния перексид се основава на следната реакция:



Реакцията протича бавно, но може да бъде ускорена чрез добавяне на амониев молибдат. Образуваният се йод се определя чрез титруване с натриев тиосулфат и служи като основа за определяне на съдържанието на водородния перексид.

#### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на водороден перексид, определено по описания по-долу начин, се изразява в масови проценти от продукта.

3. РЕАКТИВИ  
 Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.
- 3.1. Сярна киселина 2N
  - 3.2. Калиев йодид
  - 3.3. Амониев молибдат
  - 3.4. Натриев тиосулфат 0,1 N
  - 3.5. Разтвор на калиев йодид, приготвя се непосредствено преди използване 10 % (m/v)
  - 3.6. Разтвор на амониев молибдат 20 % (m/v)
  - 3.7. Разтвор на нишесте 1 % (m/v)

4. АПАРАТУРА И ОБОРУДВАНЕ
- 4.1. Бехерови чаши от 100 мл
  - 4.2. Бюрета от 50 мл
  - 4.3. Пикнометри от 250 мл
  - 4.4. Мерителни цилиндри от 25 и 100 мл
  - 4.5. Едномаркови пипети, 10 мл
  - 4.6. Конични колби, 250 мл

5. МЕТОД
- 5.1. В 100 милилитрова бехерова чаша се претеглят 10 г (m грам) от продукта, съдържащи около 0,6 г водороден прекис. Съдържанието се прехвърля с вода в 250 милилитрова стандартна колба, долива се до марката с вода и се разбърква.
  - 5.2. С пипета, в 250 милилитрова конична колба (точка 4.6), се прехвърлят 10 мл от разтвора на пробата (точка 5.1) и се добавят последователно 100 мл сярна киселина 2N (точка 3.1), 20 мл от разтвора на калиевия йодид (точка 3.5) и три капки от разтвора на амониевия молибдат (точка 3.6).
  - 5.3. Образувалият се йод се титрува веднага с разтвор на натриев тиосулфат 0,1 N (3.4) и, непосредствено преди достигане до крайната точка, се добавят няколко милилитра от разтвора на нишестето в качеството му на индикатор (точка 3.7). Записва се величината на изразходеното количество от разтвор на натриевия тиосулфат 0,1 N (точка 3.4) в милилитри (V).
  - 5.4. По начина, описан в раздели 5.2 и 5.3, се извършва контролно определяне чрез замяна на 10 мл от разтвора на пробата с 10 мл вода. Записва се величината на изразходеното количество от 0.1 N разтвор на натриевия тиосулфат в хода на контролното определяне (V<sub>0</sub>мл).

6. ИЗЧИСЛЯВАНЕ  
 Съдържанието на водородния прекис в продукта се изчислява в масови проценти (% m/m) с помощта на следната формула:

$$\% \text{ водороден прекис} = \frac{(V - V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1000}$$

$$\% \text{ водороден прекис} = \frac{(V - V_0) \times 4,252}{m}$$

където:

m = количеството на анализирания продукт в грама (точка 5.1)

V<sub>0</sub> = изразходваното количество в милилитри на разтвор на тиосульфата 0,1 N при дозировката на празната проба (точка 5.4),

V = изразходваното количество в милилитри на разтвор на тиосулфат 0,1 N за титруването на разтвора на пробата (точка 5.3)

## 7. ВЪЗПРОИЗВОДИМОСТ <sup>1</sup>

За продукт, съдържащ около 6 % (m/m) водороден прекис, разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да превишава абсолютната стойност 0,2 % .

## II. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕНА ДОЗИРОВКА НА НЯКОИ ОКИСЛИТЕЛНИ БАГРИЛАБАГРИЛА В БОИТЕ ЗА КОСА

### 1. ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод позволява идентификацията и полуколичествената дозировка на следните вещества в състава на течните и кремообразните бои за коса:

Субстанции	Символ
Фенилендиамини	
1-2 диаминобензол (о-фенилендиамин)	(о-ФДА)
1-3 диаминобензол (m-фенилендиамин)	(m-ФДА)
1-4 диаминобензол (p-фенилендиамин) (приложение V)	(п-ФДА)
Метилфенилендиамини	
4-метил-1,2-фенилендиамин (толуол-3,4-диамин)	(о-ТДА)
4-метил-1,3-фенилендиамин (толуол-2,4-диамин)	(m-ТДА)
2-метил-1,4-фенилендиамин (толуол-2,5-диамин)	(п-ТДА)
Диаминофеноли	
2,4-диаминофенол	(ДАФ)
Хидрохинон	
1,4 Бензолдиол	(Н)
α- Нафтол	(α-Н)
Пирогалол	
1,2,3-трихидроксибензол	(П)
Резорцин	
1,3-дихидроксибензол	(Р)

### 2. ПРИНЦИП

Окислителните багрила се екстрахират при рН 10 с 96 % етанол от боите в кремообразен или течен вид и се идентифицират с едно-(точка 5) и двупосочна (точка 6) тънкослойна хроматография.

<sup>1</sup> Съгласно стандарт ISO 5725.



За полуколичествената дозировка на тези субстанции, получената посредством при използване на четири системи за проявяване хроматограма на пробите се сравнява с тази на хроматографираните разтвори на еталонните субстанции, получени едновременно с първите, и при възможно най-близки до тях условия.

### 3. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

3.1. Етанол, безводен

3.2. Ацетон

3.3. Етанол, 96 % v/v

3.4. Разтвор на амоняк, , 25 % ( $d_{20}^{20} = 0.91$ )

3.5. L (+)- аскорбинова киселина

3.6. Хлороформ

3.7. Циклоhexан

3.8. Азот, технически

3.9. Толуен

3.10. Бензол

3.11. n-Бутанол

3.12. Бутан-2-ол

3.13. Хипофосфорна киселина, 50 % v/v разтвор

3.14. Диазо-реактив. Може да бъде:

- 3-нитро-1-бензолдиазониум хлорбензолсулфонат, (стабилизирана солна форма) както в (червен 2 JN-FrancoLog или еквивалентен),
- 2-хлоро-4-нитро-1-бензолдиазониум нафталинбензоат, (стабилизирана солна форма) както в реактива (NNCD – референтен № 74150 FLUKA или еквивалентен),

3.15. Сребърен нитрат

3.16. p-Диметиламинобензалдеhid

3.17. 2,5-Диметилфенол

3.18. Железен хлорид хексахидрат 6 H<sub>2</sub>O

3.19. Солна киселина, 10 % m/v разтвор

3.20. Еталонни субстанции

Еталонни субстанции са като описаните в точка 1 “Цел и приложно поле”. При аминокъединения, еталонната субстанция трябва да бъде или хидрохлорид (моно- или ди-), или свободната основа.

3.21. Еталонни разтвори 0,5 % (m/v)

Приготвя се 0,5 % (m/v) разтвор от всяка от еталонните субстанции от точка 3.20. В 10 милилитров пикнометър се претеглят 50 мг ± 1 мг от еталонната субстанция. Добавят се 5 мл 96 % етанол (точка 3.3) и 250 мг аскорбинова киселина (точка 3.5).

Разтворът се алкализира с амонячен разтвор (точка 3.4) до получаване на видимо рН 10 (проверява се с индикаторна хартия).

Долива се до 10 мл с 96 % етанол (точка 3.3) и се разбърква.

#### *Бележки:*

Разтворите могат да се съхраняват до една седмица на студено и тъмно място.

В някои случаи, след добавянето на аскорбиновата киселина и амоняка, може да се образува утайка. тогава следва да се остави да се утаи преди да се вземе пробата.

- 3.22. Проявяващи разтворители
- 3.22.1. Ацетон-хлороформ-толуен (35:25:40 обемни)
- 3.22.2. Хлороформ-циклохексан-абсолютен етанол–25 % амоняк (80:10:10:1 обемни)
- 3.22.3. Бензол-бутан-2-ол-вода (50:25:25 обемни). Разклаща се добре и след разделяне при стайна температура (20 до 25° С) се използва горната фаза.
- 3.22.4. н-Бутанол-хлороформ-реактив М (7:70:23 обемни). Извършва се внимателно разделяне при стайна температура (20 до 25° С) и се използва долната фаза.

*Приготвяне на реактив М*

Амонячен разтвор 25 % (v/v)	24 обемни части	
Хипофосфорна киселина, 50 % (v/v)		1 обемна част
Вода		75 обемни части

*Забележка*

Проявяващите разтворители, които съдържат амоняк, трябва да се разклащат добре непосредствено преди употреба.

- 3.23. Индикаторни спрейове
- 3.23.1. *Диазо-реактив*  
Приготвя се 5 % (m/v) воден разтвор от избрания реактив (3.14). Този разтвор трябва да се приготвя непосредствено преди извършването на анализа.
- 3.23.2. Реактив на Ерлих  
2 г от п-диаметиламинобензалдехида (точка 3.16) се разтварят в 100 мл 10 % (m/v) воден разтвор на солна киселина (точка 3.19).
- 3.23.3. *2,5-диметилфенол – железен хлорид хексахидрат*  
*Разтвор 1:* Разтваря се 1 г диметилфенол (точка 3.17) в 100 мл 96 % етанол (точка 3.3).  
*Разтвор 2:* Разтварят се 4 г железен хлорид хексахидрат (точка 3.18) в 100 мл 96 % етанол (точка 3.3).  
При проявяването, поотделно се пръска първо с разтвор 1 и след това с разтвор 2.
- 3.23.4. *Амонячен сребърен нитрат*  
25 % амоняк (точка 3.4) се добавя към 5 % (m/v) воден разтвор на сребърен нитрат (точка 3.15) до разтварянето на утайката. Този реактив трябва да се приготвя непосредствено преди употреба. Да не се съхранява.

4. АПАРАТУРА

- 4.1. Обичайно лабораторно оборудване за тънкослойна хроматография.
- 4.1.1. Капак от пластмаса или стъкло, който позволява хроматографската плака да остане обградена от азот в хода на нанасянето на петната и сушенето. Тази предпазна мярка се налага с оглед на склонността към окисление на някои багрила.
- 4.1.2. Микроспринцовка, 10 мкл, градуирана през интервал от 0,2 мкл, с игла с квадратно сечение или, по-добре, многократен дозатор за 50 мкл, монтиран върху скобата на статива, така че плаката да бъде под азот.
- 4.1.3. Плаки за тънкослойна хроматография с покритие от силикагел, готови за употреба, с дебелина 0,25 мм, формовани 20 x 20 см (Macherey and Nagel, Silica G-NR, подложка от пластмаса, или еквивалентни).
- 4.2. Центрофуга, 4 000 оборота/минута
- 4.3. Центрофужни епруветки, 10 мл, с резбови запушалки с покритие от политетрафлуоретан, или еквивалентни.

5. ПРОЦЕДУРА

- 5.1. Обработка на пробите за анализа  
Първите 2-3 сантиметра от изстискания от тубичката крем се изхвърлят.  
В центрофужна епруветка (точка 4.3), предварително продухана с азот, се вкарва следната смес:
- 300 мг аскорбинова киселина с 3 г крем или
  - 3 г хомогенизирана течност.

Добавят се 25 % амонячен разтвор на капки (точка 3.4) до достигане на рН 10.  
Извършва се доливане до 10 мл с 96 % етанол (точка 3.3).

Разбърква се в азотна среда (точка 3.8), епруветката се затваря и се центрофугира при 4 000 оборота/минута в продължение на 10 минути.

Използва се горният течен слой.

## 5.2. Хроматография

### 5.2.1. Нанасяне върху плаките

В атмосфера от азот (точка 3.8), върху хроматографската плака (точка 4.1.3) се нанася по 1 мкл от всеки от гореописаните еталонни разтвори в девет стартови точки, разположени на около 1,5 см една от друга по дължината на линия, която отстои на около 1,5 см от края на плаката.

Петната от еталонните разтвори са разположени, както следва:

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Р	П	Х	п-	ДАФ	п-	о-	о-	м-ФДА
м-ТДА	α-		ФДА		ТДА	ФДА	ТДА	
	Н							

Освен това, в точки 10 и 11 се нанасят съответно по 2 мкл от разтворите на изследваните проби, получени в съответствие с точка 5.1.

Плаката се съхранява в атмосфера от азот (точка 3.8) до момента на хроматографирането.

### 5.2.2. Проявяване

Плаката се поставя във вана, която е била предварително продухана с азот (точка 3.8), наситена с един от четирите подходящи разтворители (точка 3.22), и се оставя да се развие при стайна температура (20-25° С) на тъмно докато фронтът на разтворителя достигне приблизително на 15 см от стартовата линия.

Плаката се изважда и изсушава в атмосфера от азот (точка 3.8) на стайна температура.

### 5.2.3. Напръскване

Плаката се напръсква незабавно с един от четирите разтвора, посочени в точка 3.23.

### 5.2.4. Идентификация

Сравнява се  $R_f$  стойността и получения от пробата цвят с тези на хроматографираните еталонни субстанции.

Таблица I дава като примери  $R_f$  стойностите и цветовете за всяка субстанция в зависимост от използваните проявяващ разтвор и индикатори.

При спорна идентификация понякога може да се получи потвърждение по импулсния метод, като се добави към екстракта от пробата разтвора на съответната еталонна субстанция.

5.2.5.

*Полуколичествена дозировка*

Сравнява се визуално интензивността на петната на отделните субстанции, идентифицирани в точка 5.2.4, с подходящо избран диапазон от концентрации на еталонните субстанции.

Ако концентрацията на една или няколко от засечените в пробата субстанции е много висока, екстрактът от пробата се разрежда и дозировката се повтаря.

ТАБЛИЦА I

R<sub>f</sub> стойности и цветове, получени веднага след напръскването

Еталон на субста нция (3.20)	Проявяващи разтворители				Индикаторни спрейове			
	R <sub>f</sub> стойности				Резултантни цветове			
	(3.22. 1)	(3.22. 2)	(3.22. 3)	(3.22. 4)	Диазо (3.23.1)	Ерлих (3.23.2)	Димети л-фенол (3.23.3)	Сребърен нитрат (3.23.4)
о- ФДА	0,62	0,60	0,30	0,57	Бledoка фяв	-	-	Бledoкафяв
м-ФДА	0,40	0,60	0,47	0,48	Виолето во-кафяв (*)	Жълт	Светло кафяв	Бledoкафяв
п-ФДА	0,20	0,50	0,30	0,48	Кафяв	Ярко червен(*)	Лилав	Сив
О-ТДА	0,60	0,60	0,53	0,60	Кафяв (*)	Бledoора нжев	Светло кафяв	Сиво-кафяв
м-ТДА	0,40	0,67	0,45	0,60	Червени каво- кафяв (*)	Жълт	Кафяв	Черен
п-ТДА	0,33	0,65	0,37	0,70	Кафяв	Оранжев	Лилав (*)	Сив
ДАФ	0,07	-	0	0,05	Кафяв (*)	Оранжев	Лилав	Кафяв
Х	0,50	0,35	0,80	0,20	-	Оранжев	Лилав	Черен (*)
α-Н	0,90	0,80	0,90	0,75	Оранжев о-кафяв	-	Лилав (*)	Черен
П	0,37	-	0,67	0,05	Кафяв	Много бледовио летов	Много светло кафяв	Кафяв (*)
Р	0,50	0,37	0,80	0,17	Оранжев (*)	бледовио летов	Много бledoка фяв	Бledoкафяв

*Забележка:*

- ФДА се вижда доста слабо; разтворителят (точка 3.23.3) трябва да се използва за ясното му разграничаване от ФДА.
- (\*) указва оптималното проявяване на цвета.

- ИЗПИТВАНЕ С ДВУПОСОЧНА ТЪНКОСЛОЙНА ХРОМАТОГРАФИЯ  
Двупосочната хроматографска процедура налага необходимост от използване на допълнителни стандарти и реактиви.
  - Допълнителни еталонни разтвори и субстанции
    - β-нафтол (β-N)
    - 2-аминофенол (о-АФ)
    - 3-аминофенол (м-АФ)
    - 4-аминофенол(п-АФ)
    - 2-нитро-1,4-фенилендиамин (2-НПФДА)
    - 4-нитро-1,2-фенилендиамин (4-НОФДА)

От всяко от допълнителните контролни вещества се приготвя 0,5 % m/v разтвор съгласно описанието в точка 3.21.

- 6.2. Допълнителни проявяващи разтворители
- 6.2.1. Етилацетат-циклохексан-амонячен разтвор, 25 % (65:30:0.5 обемни)
- 6.3. Допълнителна индикаторна система  
Във ваната за тънкослойна хроматография се поставя стъклен съд, добавят се около 2 г кристален йод и ваната се затваря с помощта на подходящ за целта капак.
- 6.4. Хроматография
- 6.4.1. Върху абсорбиращата повърхност на плаката за тънкослойна хроматография (точка 4.1.3) се начертават две линии, така както е показано на фигура 1.
- 6.4.2. В атмосфера от азот (точка 4.1.1), в стартовата точка (Фигура 1), която отстои на 2 см от двете страни, се нанасят между 1 и 4 мкл екстракт (точка 5.1). Количеството на екстракта зависи от интензивността на петната върху хроматограмите (точка 5.2).
- 6.4.3. Разделят се между точки 2 и 3 (Фигура 1) идентифицираните окислителни багрила или багрилата, за които се допуска, че ще бъдат идентифицирани, чрез процедурата в точка 5.2 (разстояние между точките 1,5 см). Нанасят се по 2 мкл от всеки от еталонните разтвори – с изключение на ДАФ, от който трябва да се нанесат 6 мкл. Тези действия се извършват в атмосфера от азот (точка 6.4.2).
- 6.4.4. Операцията от точка 6.4.3 се повтаря в стартовите точки 4 и 5 (Фигура 1) и плаката се съхранява в атмосфера от азот до момента на хроматографиране (разстояние между точките 1,5 см).
- 6.4.5. Хроматографската вана се продухва с азот (точка 3.8) и се вкарва подходящо количество от проявяващия разтворител 3.22.2. Плаката се поставя (точка 6.4.4) в ваната и се хроматографира в първата посока на елюиране (Фигура 1) на тъмно. Елюирането продължава докато фронтът на разтворителя достигне линията, маркирана върху плаката (приблизително 13 см).
- 6.4.6. Плаката се изважда от ваната и се поставя в предварително продуханата с азот хроматографска вана за изпаряване на елюиращия разтворител в продължение на най-малко 60 минути.
- 6.4.7. С помощта на градуирана епруветка, в продуханата с азот вана (точка 3.8) се поставя подходящо количество от елюиращия разтворител (точка 6.2), плаката се поставя обърната на 90 ° в ваната (точка 6.4.6) и се хроматографира във втората посока (също на тъмно), докато фронтът на разтворителя достигне до начертаната върху абсорбиращата повърхност линия. Плаката се изважда от ваната и елюиращият разтворител се изпарява на въздуха.
- 6.4.8. Плаката се поставя за 10 минути в хроматографската вана с йодни пари (точка 6.3) и двупосочната хроматограма се разчита с помощта на  $R_f$  и стойностите за цветовете на хроматографираните по същото време еталонни субстанции. Таблица II предоставя указания относно  $R_f$  -стойностите на и на цветовете.

*Забележка:*

За постигане на максимално оцветяване на петната, хроматограмата се оставя на въздух за половин час след проявяването.

- 6.4.9. Наличието на окислителни багрила, открити в точка 6.4.8, може да бъде потвърдено окончателно с повторение на операциите, описани в точка 6.4.1 до 6.4.8 и добавяне в стартовата точка 1 на излишък над количеството екстракт, посочено в точка 6.4.2, равен на 1 мкл от еталонните субстанции, идентифицирани в точка 6.4.8. Ако при сравняването с хроматограмата, получена

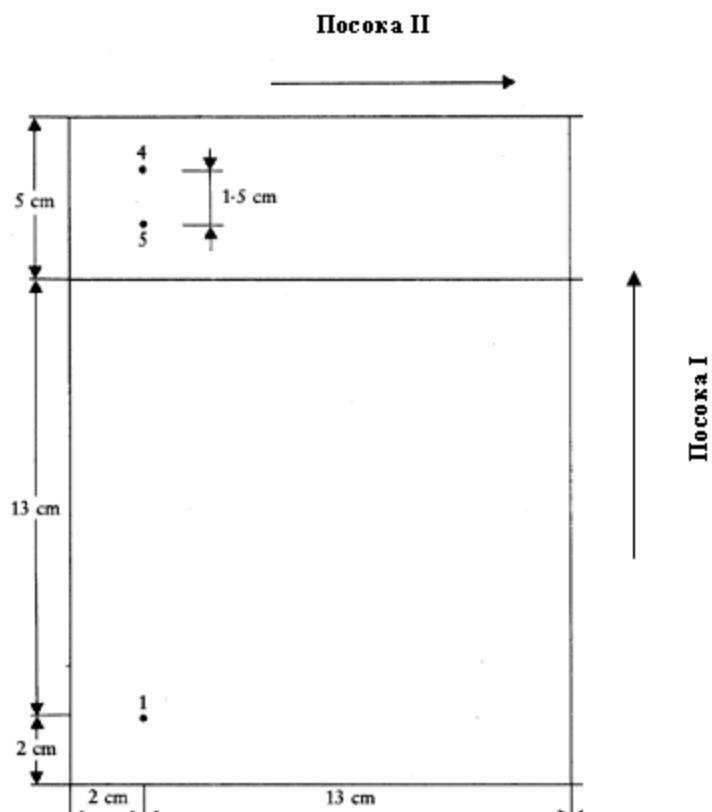
в точка 6.4.8, не бъде засечено друго петно, разчитането на хроматограмата точка 6.4.8 е правилно.

ТАБЛИЦА II

Цвят на контролните вещества след хроматографирането и проявяването с йодни пари

Контролни вещества	Цвят след проявяване с йодни пари
Р	Бежов
П	Кафяв
$\alpha$ -Н	Виолетов
$\beta$ -Н	Бledoкафяв
Х	Виолетово-кафяв
м-ФДА	Жълто-кафяв
п-ФДА	Виолетово-кафяв
м-ТДА	Тъмнокфяв
п-ТДА	Жълто-кафяв
ДАФ	Тъмнокфяв
о-АФ	Оранжев
м-АФ	Жълто-кафяв
п-АФ	Виолетово-кафяв
2-НПФДА	Кафяв
4-НОФДА	Оранжев

Фигура 1





### III. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ДОЗИРОВКА НА НИТРИТ

#### A. ИДЕНТИФИЦИРАНЕ

##### 1. ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод е подходящ за идентификацията на нитрит в козметичните продукти и по-специално в кремове и в пастите за зъби.

##### 2. ПРИНЦИП

За наличието на нитрит свидетелства образуването на оцветени производни при взаимодействие с 2-аминобензалдеhid фенилхидразон (Nitrin®).

##### 3. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

##### 3.1. Получаване на разреден разтвор на сярна киселина: 2 мл концентрирана сярна

киселина ( $d_4^{20} = 1.84$ ) се разреждат с 11 мл дестилирана вода.

##### 3.2. Получаване на разреден разтвор на солна киселина: 1 мл концентрирана солна

киселина ( $d_4^{20} = 1.19$ ) се разреждат с 11 мл дестилирана вода.

##### 3.3. Метанол

##### 3.4. Разтвор на 2-аминобензалдеhid фенилхидразон (реактив Nitrin®) в метанол.

Претеглят се 2,0 г Nitrin® и се прехвърлят в 100 милилитров пикнометър. На капки се прибавят 4 мл разредена солна киселина (точка 3.2) и се разклаща.

Долива се до марката с метанол и се разбърква до пълно избистряне. Разтворът се съхранява в бутилка от кафяво стъкло (точка 4.3).

##### 4. АПАРАТУРА

##### 4.1. Бехерови чаши, 50 мл

##### 4.2. Пикнометър от 100 мл

##### 4.3. Бутилка от кафяво стъкло от 125 мл

##### 4.4. Стъклена плоча, 10 x 10 см

##### 4.5. Пластмасова шпатула

##### 4.6. Филтърна хартия, 10 x 10 см

##### 5. ПРОЦЕДУРА

##### 5.1. Част от подлежащата на анализ проба се разстила равномерно върху стъклената плочка (точка 4.4) така, че повърхността да се покрие със слой с дебелина не по-голяма от 1 см.

##### 5.2. Лист от филтърната хартия (точка 4.6) се потапя в дестилирана вода. Листът се полага върху пробата и филтърната хартия се притиска надолу с помощта на пластмасовата шпатула (точка 4.5).

##### 5.3. Изчаква се около една минута и в средата на филтърната хартия се нанасят:

- две капки от разредената сярна киселина (точка 3.1),
- последвано от две капки от разтвора Nitrin® (точка 3.4).

##### 5.4. След пет до десет секунди филтърната хартия се отстранява и се разглежда на дневна светлина. За наличието на нитрит свидетелства полученото се червеникаво-пурпурно оцветяване.

Ако нитритното съдържание е ниско, червеникаво-пурпурното оцветяване се променя до жълто след изтичането на 5 до 15 секунди. Промяната на цвета настъпва едва след една до две минути при наличие на големи количества нитрит.

6. КОМЕНТАР  
Интензивността на червеникаво-пурпурното оцветяване и времето, което изтича до настъпване на пожълтяването, дават представа за нитритното съдържание в пробата.

## Б. ДОЗИРОВКА

1. ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ  
Методът се прилага за дозировка на нитрити в козметичните продукти.
2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ  
Нитритното съдържание в пробата, определено в съответствие с настоящия метод, се изразява като масови проценти натриев нитрит.
3. ПРИНЦИП  
След разреждане на пробата с вода и избистряне, наличният нитрит се въвежда във взаимодействие със сулфаниламид и N-1-нафтилетилендиамин и се измерва на оптичната плътност на получения цвят при 538 nm.
4. РЕАКТИВИ  
Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.
- 4.1. Реактиви за избистряне: тези реактиви не могат да се използват повече от една седмица след приготвянето им.
- 4.1.1. Реактив Carrez I:  
106 г калиев цианоферат (II),  $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ , се разтварят в дестилирана вода и се извършва разреждане с вода до 1 000 мл.
- 4.1.2. Реактив Carrez II:  
219,5 г цинков ацетат,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ , и 30 мл ледена оцетна киселина се разтварят в дестилирана вода и се извършва разреждане с вода до 1 000 мл.
- 4.2. Разтвор на натриев нитрит  
0,500 г натриев нитрит се разтварят в дестилирана вода в 1 000 милилитров пикнометър и се доливат с вода до марката. 10,0 мл от този изходен стандартен разтвор се разреждат до 500 мл; 1 мл от последния разтвор съответства на 10 микрограма  $NaNO_2$ .
- 4.3. 1N разтвор на натриева основа
- 4.4. 0,2 % разтвор на сулфаниламид хидрохлорид  
2,0 г сулфаниламид се разтварят в 800 мл вода при подгриване. Извършва се охлаждане и се добавят 100 мл концентрирана солна киселина като успоредно с това се разбърква. Разрежда се с вода до 1 000 мл.
- 4.5. 5N разтвор на солна киселина
- 4.6. N-1-нафтилов реактив:  
Този разтвор трябва да се приготвя в деня, в който ще бъде употребен. 0,1 г от N-1-нафтилетилендиамин дихидрохлорида се разтварят във вода и се разреждат с вода до 100 мл.
5. АПАРАТУРА
- 5.1. Аналитична везна
- 5.2. Мерителни колби от 100, 250, 500 и 1 000 мл
- 5.3. Газови или градуирани пипети
- 5.4. Мерителни цилиндри за 100 мл
- 5.5. Нагънати филтърни хартии, свободна от нитрити, с диаметър 15 см
- 5.6. Водна баня

- 5.7. Спектрофотометър с кювети с дължина на траекторията 1 см
- 5.8. рН метър
- 5.9. Микробюрета за 10 мл
- 5.10. Бехерови чаши за 250 мл

## 6. ПРОЦЕДУРА

- 6.1. От хомогенизираната проба се претеглят около 0,5 г (m грам) с точност до 0.1 мг, прехвърлят се количествено с топла дестилирана вода в 250 милилитрова бехерова чаша (точка 5.10) и обемът се довежда до приблизително 150 мл с топла дестилирана вода. Чашата (точка 5.10) се поставя във водна баня (точка 5.6) при 80 ° С за половин час. През това време съдържанието се разклаща периодично.
- 6.2. Съдържанието се охлажда до стайна температура и последователно, при разбъркване, се добавят 2 мл от реактив Carrez I (точка 4.1.1) и 2 мл от реактив Carrez II (точка 4.1.2).
- 6.3. Прибавя се 1N разтвор на натриева основа (точка 4.3) за довеждане на рН до точка 8.3. (Използва се рН-метъра (точка 5.8)). Съдържанието се прехвърля количествено в 250 милилитров пикнометър (точка 5.2) и се долива до марката с дестилирана вода.
- 6.4. Съдържанието се разбърква и филтрира през нагънатата филтърна хартия (точка 5.5).
- 6.5. С пипета (точка 5.3), в 100 милилитров пикнометър (точка 5.2) се прехвърля подходяща алиquotна част (V мл), но не повече от 25 мл, от бистрия разтвор и се добавя дестилирана вода за довеждане на обема до 60 мл.
- 6.6. След разбъркване се добавят 10,0 мл разтвор на сулфаниламид хидрохлорид (точка 4.4) и после 6,0 мл от 5N солната киселина (точка 4.5). Сместа се разбърква и се оставя да престои в продължение на пет минути. Добавят се 2,0 мл N-1-нафтил реактив (точка 4.6), разбърква се и разтворът се оставя да престои в продължение на три минути. Разрежда се с вода до марката и се разбърква.
- 6.7. Подготвя се изпитване на празна проба като се повторят операциите от точка 6.5 и точка 6.6 без да се прибавя N-1-нафтил реактив (точка 4.6).
- 6.8. Измерва се (точка 5.7) оптичката плътност на получения в съответствие с точка 6.6 разтвор при 538 nm, спрямо празната проба (точка 6.7).
- 6.9. От калибровъчната крива (точка 6.10) се отчита съдържанието на натриев нитрит в 100 мл от разтвора (m<sub>1</sub> микрограма), което съответства на оптическа плътност, измерена в точка 6.8.
- 6.10. С помощта на 10 мкг/мл разтвор на натриев нитрит (точка 4.2) се получават калибровъчни криви за концентрации 0, 20, 40, 60, 80 и 100 микрограма натриев нитрит за 100 мл.

## 7. ИЗЧИСЛЯВАНЕ

Съдържанието на натриев нитрит в пробата се изчислява в масови проценти с помощта на следната формула:

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

където:

m = масата на пробата, взета за анализ, в грама (точка 6.1),

m<sub>1</sub> = съдържанието на натриев нитрит, открито в точка 6.9, в микрограма,

V = броя милилитри от филтрата, използвани за измерването (точка 6.5).

## 8. ПОВТАРЯЕМОСТ <sup>1</sup>

<sup>1</sup> Съгласно стандарт ISO 5725.

За съдържание на натриев нитрит около 0,2 % m/m, разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да надхвърля абсолютна стойност 0,005 %.

#### IV. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ДОЗИРОВКА НА НЕСВЪРЗАН ФОРМАЛДЕХИД

##### 1. ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод се прилага за идентифициране и дозировка на несвързания формалдеhid. Методът е приложим по отношение на всички козметични продукти и включва три части:

##### 1.1. Идентификация,

##### 1.2. Колориметрична дозировка с пентан-2,4-дион

Този метод е неподходящ когато формалдеhidът е свързан или полимеризиран, например в случая на формалдеhidните донори. Ако резултатите надхвърлят максимално допустимата концентрация, трябва да се използва следния метод.

##### 1.3. Дозировка с бисулфит

Този метод не взема под внимание формалдехида в повечето съединения, в които същият се намира в свързан или полимеризиран вид. Въпреки това, може да се определят някои нестабилни съчетания (например хексаметилен тетрамин). Освен това, измерването на алкалността се затруднява в присъствие на буферен разтвор.

##### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на несвързан формалдеhid в пробата, определено в съответствие с настоящия метод, се изразява в масови проценти.

##### 3. ПРИНЦИП

##### 3.1. Част I – Идентификация

В среда от сярна киселина формалдеhidът променя цвета на реактива на Schiff в розов или лилав.

##### 3.2. Част II – Определяне с пентан-2,4-дион

Формалдеhidът взаимодейства с пентан-2,4-диона в присъствие на амониев ацетат, при което се образува 3,5-диацетил-1,4-дихидролутидин. Последният се подлага на екстракция с бутан-1-ол и абсорбцията на екстракта се измерва при 410 nm.

##### 3.3. Част III – Определяне с бисулфит

Формалдеhidът взаимодейства със сулфита в кисела среда при 0° C, при което се образува присъединително съединение. Излишъкът от протони се титрува с натриева основа. Употребените протони служат като основа на изчисленията за определяне на количеството на формалдехида. Чрез анализ с празна проба (без сулфит) се създава възможност за измерване на алкалността или киселинността на средата.

##### 4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

##### 4.1. Ледена оцетна киселина

##### 4.2. Безводен амониев ацетат

##### 4.3. Бутан-1-ол

##### 4.4. Сярна киселина, около 2N

##### 4.5. Наскоро приготвен 0.1 M разтвор на натриев сулфит

##### 4.6. Реактив на Schiff, в бехерова чаша се претеглят 100 гмг фуксин, които се разтварят в 75 мл вода при 80° C.

След охлаждане се добавят 2,5 г натриев сулфит хептахидрат ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) и 1,5 мл концентрирана солна киселина ( $d_{420} = 1.19$ ). Долива се до 100 мл. (Този реактив е негоден за употреба след повече от две седмици.)

- 4.7. Реактив пентан-2,4-дион  
В 1 000 милилитров пикнометър се разтварят:  
150 г амониев ацетат (точка 4.2),  
2 мл пентан-2,4-дион (наскоро дестилиран при ниско налягане – не трябва да е склонен към каквато и да било абсорбция при 410 nm),  
3 мл ледена оцетна киселина (точка 4.1).  
Долива се с вода до 1 000 мл (рН на разтвора: около 6.4).  
Реактивът трябва да бъде наскоро приготвен.
- 4.8. Стандартен разтвор на сярна киселина, 0.1 N
- 4.9. Стандартен разтвор на солна киселина, 0.1 N
- 4.10. Йоден разтвор, 0.1 N
- 4.11. Натриев тиосулфат, 0.1 N
- 4.12. Изходен разтвор на формалдехид  
5 г от 37 - 40 % разтвор на формалдехида се отливат в 1 000 милилитров пикнометър и разтворът се долива до 1 000 мл.  
Концентрацията на този разтвор се определя както следва: Изваждат се 10.00 мл; добавят се 25,00 мл от стандартния йоден разтвор (4.10) и 10 мл от 1N разтвора на натриевата основа.  
Разтворът се оставя да престои в продължение на пет минути.  
Добавят се 11 мл от 1N HCl и излишният стандартен 0.1N йоден разтвор (точка 4.10) се титрува със стандартен 0.1N разтвор на натриев тиосулфат (точка 4.11), като в качеството на индикатор се използва разтвор на нишесте.  
1 м от 0.1N йодния разтвор (точка 4.10) съответства на 1,5 мг формалдехид.
- 4.13. Контролен разтвор на формалдехид  
С пипета в 100 милилитров пикнометър се прехвърлят 5,00 мл от изходния разтвор (точка 4.12) и се извършва доливане до 100 мл с деминерализирана вода.  
С пипета в 500 милилитров пикнометър се прехвърлят 5,00 мл от горния разтвор и се извършва доливане до 500 мл с деминерализирана вода.  
1 мл от този разтвор съдържа приблизително 1 мкг формалдехид.  
Изчислява се точното съдържание.
- 4.14. Разтвор на тимолфталейн, 0,1 г/100 мл 50 % етанол
- 4.15. Контролен разтвор на реактив: както реактива в точка 4.7, но без пентан-2,4-дион

## 5. АПАРАТУРА

- 5.1. Стандартно лабораторно оборудване
- 5.2. Фазово-разделящ филтър, Whatman 1 PS (или еквивалентен)
- 5.3. Центрофуга
- 5.4. Спектрофотометър
- 5.5. Стъклени кювети с дължина на оптичната траектория 1 см
- 5.6. Потенциометър с регистриращо устройство
- 5.7. Електроди от стъкло/каломел (препоръчва се да се работи със специални нискотемпературни електроди)

## 6. ПРОЦЕДУРА

- 6.1. Идентифициране
- 6.1.1. В 10 милилитрова бехерова чаша се претеглят 2 г от предназначенията за анализ проба.

- 6.1.2. Добавят се две капки 2N сярна киселина (точка 4.4) и 2 мл от реактива Schiff (точка 4.6) (този реактив трябва да бъде идеално безцветен в момента на неговата употреба).  
Разтворът се разклаща и се оставя в контакт пет минути.
- 6.1.3. Ако през петте минути се получи оцветяване с розов или бледоморав отенък, съдържанието на формалдехид превишава 0,01 % и трябва да се определи в съответствие с процедурата от точка 6.2 и, при необходимост, процедурата от точка 6.3.
- 6.2. Колориметрично определяне с пентан-2,4-дион
- 6.2.1. Разтвор на пробата
- 6.2.1.1. В 100 милилитров пикнометър се претегля, с точност до 0,001 г маса (в грамове) от предназначенията за анализ проба, което съответства на предполагаемото количество от около 150 мкг формалдехид.
- 6.2.1.2. Долива се до 100 мл с деминерализирана вода и се разбърква.
- 6.2.1.3. В 50 милилитрова Ерленмайерова колба се поставят:  
10,00 мл от разтвора от точка 6.2.1.2,  
5,00 мл от пентан-2,4-дион реактива (точка 4.7),  
деминерализирана вода до окончателен обем 30 мл
- 6.2.2. *Контролен разтвор*  
Възможните интерференции на фоновия цвят в пробата за изпитване се отстранява по следния начин:  
В 50 милилитрова Ерленмайерова колба се поставят:  
  
10,00 мл от разтвора от точка 6.2.1.2,  
5,00 мл контролен разтвор на реактив (точка 4.15),  
деминерализирана вода до окончателен обем 30 мл
- 6.2.3. Разтвор за определяне на празна проба  
В 50 милилитрова Ерленмайерова колба се поставят:  
  
5,00 мл от пентан-2,4-дион реактива (точка 4.7),  
деминерализирана вода до окончателен обем 30 мл
- 6.2.4. Дозировка
- 6.2.4.1. Визираните в точка 6.2.1.3, 6.2.2 и точка 6.2.3 колби се разклащат и се потапят във водна баня при 60° C в продължение на точно 10 минути. Разтворите се оставят да се охладят в продължение на две минути в баня от леденостудена вода.
- 6.2.4.2. Прехвърля се в 50 милилитрови делителни фунии, съдържащи 10,00 мл буган-1-ол (точка 4.3). Всяка колба се изплаква с между 3 и 5 мл вода и промивната течност се излива във фуниите. Сместа се разклаща енергично в продължение на точно 30 секунди. Оставя се да се утаи.
- 6.2.4.3. Филтрира се в измервателните кювети през фазово-разделящия филтър. Центрофугирането (5 000 оборота/минута в продължение на пет минути) е по-малко практично и отнема повече време.
- 6.2.4.4. Измерва се оптичестката плътност  $A_1$  на екстракта от от получения в точка 6.2.1.3 разтвор на пробата при 410 nm чрез сравняване с екстракта на контролния разтвор от точка 6.2.2.
- 6.2.4.5. По същия начин се измерва екстракта от разтвора на празната проба от точка 6.2.3 чрез сравняване с буган-1-ол ( $A_2$ ).

*Забележка:*

Всички тези операции трябва да се извършат в рамките на до 25 минути от момента, в който Ерленмайеровите колби са били поставени във водната баня при 60° С.

6.2.5. *Калибровъчна крива*

6.2.5.1. В 50 милилитрова Ерленмайерова колба се поставят:

5,00 мл от стандартния разтвор (точка 4.13),

5,00 мл от пентан-2,4-дион реактива (точка 4.7),

деминерализирана вода до окончателен обем 30 мл

6.2.5.2. Продължава се съгласно указаното в точка 6.2.4.5, измерва се оптичестката плътност чрез сравняване с бутан-1-ол (точка 4.3).

6.2.5.3. Процедурата се повтаря с 10, 15, 20 и 25 мл от стандартния разтвор.

6.2.5.4. За получаване на нулевата стойност се процедира както в точка 6.2.4.5.

6.2.5.5. Построява се калибровъчната крива след изваждане на нулевата стойност (точка 6.2.4.5) от всяка от оптичестките плътности, получени в точка 6.2.5.2 и точка 6.2.5.3. Законът на Биърс е валиден до максимално количество на формалдехида 30 мкг.

6.3. *Дозировка на бисулфит*

6.3.1. Приготвяне на предназначенията за анализ проба

6.3.1.1. За анализа

В тарирана бехерова чаша се претегля, с точност до 0,001 г, маса на предназначенията за анализ проба ( $m$  грама), което съответства на предполагаемото количество от между 3 и 20 мг формалдехид.

6.3.1.2. *За контролния анализ*

Контролната проба се претегля по подобен начин ( $m$  грама).

6.3.2. *Дозировка*

6.3.2.1. В 100 милилитрова бехерова чаша се поставят 50,00 мл 0.1 М разтвор на натриев сулфит (точка 4.5) и се добавят 10,00 мл 0.1N разтвор на сярна киселина (точка 4.8). Разклаща се.

6.3.2.2. Чашата се потапя в смес от лед и сол за поддържането на температурата на цялото съдържание на + 2 ° С. Въвежда се количествено предназначенията за измерване проба (точка 6.3.1.1).

6.3.2.3. Осъществява се бързо потенциометрично титруване с 0.1N разтвор на натриева основа (точка 4.9) при непрекъснато разклащане и поддържане на температурата между +2 и +4° С (неутралната точка лежи между рН 9 и 11). Нека  $V_1$  да бъде обемът на взетото количество от 0.1N разтвора на натриевата основа (точка 4.9).

6.3.3. *Изпитване с празна проба*

Допълнително приготвеният както в точка 6.3.2.1 разтвор се титрува при условията, описани в точка 6.3.2.

Нека  $V_2$  да бъде обемът на взетото количество от 0.1N разтвора на натриевата основа (4.9).

6.3.4. *Контролно определяне*

Алкалността или киселинността на пробата се определят чрез потенциометрично титруване с 0.1N разтвор на натриева основа (точка 4.9) или 0.1N разтвор на сярна киселина (точка 4.8) в изследваната проба  $m'$ . Нека  $v'$  да бъде обемът на взетото количество от 0.1N разтвора на натриевата основа или 0.1N разтвора на сярната киселина.

6.3.5. *Бележки*

Необходимо е да се съблюдават стриктно предписаните по отношение на анализа условия.

Възможно е да се дозира при наличие на индикатор- тимолфталейн (точка 4.14).

## 7. ПРЕДСТАВЯНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

### 7.1. Изчисляване при колориметричния метод

7.1.1. Изважда се  $A_2$  от  $A_1$  и от калибровъчната крива (точка 6.2.5.5), в микрограма, се отчита количеството  $C$  формалдехид в изследвания разтвор (точка 6.2.1.3).

7.1.2. Съдържанието на формалдехид в пробата се изчислява в масови проценти (m/m) по следната формула:

$$\text{Съдържание на Формалдехид в \%} = \frac{C}{10^3 \times m}$$

### 7.2. Изчисляване при метода с

титруване с бисулфит

Към масата  $m$  се съотнася обемът на 0.1N разтвор на натриевата основа (точка 4.9), или 0.1N разтвор на сярната киселина (точка 4.8), използван за контролния анализ, и масата:

$$v = \frac{v' \cdot m}{m'} \quad V=0$$

При неутралния продукт

7.2.1. При киселинния продукт:

$$\text{Съдържание на Формалдехид в \%} = \frac{0.30 (V_2 - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. При алкалния продукт:

$$\text{Съдържание на Формалдехид в \%} = \frac{0.30 (V_2 - V_1 - v)}{m}$$

### 7.3. Забележка

Ако има разлика между резултатите от двата метода, се приема само по-ниската стойност.

## 8. ПОВТАРЯЕМОСТ <sup>1</sup>

За съдържание на формалдехид около 0,2 %, разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да надхвърля 0,005 % при колориметричния метод и 0,05 % при бисулфитния метод.

## V. ДОЗИРОВКА НА РЕЗОРЦИН В ШАМПОАНИТЕ И ЛОСИОНИТЕ ЗА КОСА

### 1. ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод се прилага за газхроматографска дозировка на резорцина в шампоаните и лосионите за коса. Методът е подходящ за концентрации в пробата от 0,1 до 2,0 масови %.

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на резорцин в пробата, определено в съответствие с настоящия метод, се изразява в масови проценти.

### 3. ПРИНЦИП

Резорцинът и 3,5-дихидрокситолуолът, (5-метилрезорцин), добавен като вътрешен стандарт, се отделят от пробата чрез тънкослойна хроматография. Двете съединения се изолират чрез премахване на техните петна от тънкослойната плака

<sup>1</sup> Съгласно стандарт ISO 5725.



и екстрахиране с метанол. Накрая, екстрахираните съединения се изсушават, силилират и се определят по метода на газовата хроматография.

4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

4.1. Солна киселина 25 % (m/m)

4.2. Метанол

4.3. Етанол 96 % (v/v)

- 4.4. Готови плаки за тънкослойна хроматография с покритие от силикагел (пластмасови или алуминиеви) с флуоресцентен индикатор. Дезактивират се, както следва: обикновените, с предварително нанесено покритие от силикагел плаки се напръскват с вода до загладане. Напръсканите плаки се оставят да съхнат на въздух при стайна температура в продължение на един до три часа.

Забележка:

Ако плаките не са дезактивирани, могат да се получат загуби на резорцин в резултат на необратима адсорбция върху силикагела.

- 4.5. Проявяващ разтворител; ацетон-хлороформ-оцетна киселина (20:75:5 обемни).
- 4.6. Стандартен разтвор на резорцин; 400 мг резорцин се разтварят в 100 мл 96 % етанол (точка 4.3) (1 мл съответства на 4 000 мкг резорцин).
- 4.7. разтвор на вътрешен стандарт; разтварят се 400 мг 3,5-дихидрокситолуол (ДХТ) в 100 мл 96 % етанол (точка 4.3) (1 мл съответства на 4 000 мкг ДХТ).
- 4.8. Стандартна смес; смесват се 10 мл от разтвора от точка 4.6 с 10 мл от разтвора от точка 4.7 в 100 милилитров пикнометър, долива се до марката с 96 % етанол (точка 4.3) и сместа се разбърква (1 мл съответства на 400 мкг резорцин и 400 мкг ДХТ).
- 4.9. Силилиращи агенти
- 4.9.1. N, O-бис-(триметилсислил)трифлуороацетамид (БСТФАА)
- 4.9.2. Хексаметилдисилазан (ХМДС)
- 4.9.3. Триметилхлоросилан (ТМХС)

## 5. АПАРАТУРА

- 5.1. Стандартно оборудване за тънкослойна и газова хроматография
- 5.2. Стъклени съдове

## 6. ПРОЦЕДУРА

- 6.1. Приготвяне на пробата
- 6.1.1. В 150 милилитрова бехерова чаша се претегля прецизно проба за анализ (m грама) от продукта, която съдържа приблизително от 20 до 50 мг резорцин.
- 6.1.2. Извършва се подкисляване със солна киселина (точка 4.1) докато сместа придобие киселинен характер (необходими са приблизително между 2 и 4 мл), добавят се 10 мл (40 мг ДХТ) от вътрешния стандартен разтвор (точка 4.7) и се разбърква. Съдържанието се прехвърля в 100 милилитров пикнометър с етанол (точка 4.3), долива се до марката с етанол и се разбърква.
- 6.1.3. Върху дезактивираната плака с покритие от силикагел (точка 4.4) се нанасят 250 мкл от разтвора (точка 6.1.2) като непрекъсната линия с приблизителна дължина 8 см. Необходимо е линията да бъде възможно най-тънка.
- 6.1.4. 250 мкл от стандартната смес (точка 4.8) се нанасят върху същата плака по същия начин (точка 6.1.3).
- 6.1.5. В две точки от стартовата линия се нанасят по 5 мкл от всеки от разтворите от точка 4.6 и точка 4.7, за да се подпомогне локализирането след проявяването на плаката.
- 6.1.6. Плаката се развива в ненаситена с пари на разтворителя вана, запълнена с проявяващ разтворител от точка 4.5 докато фронтът на разтворителя достигне линия на 12 см от стартовата линия; обикновено това отнема около 45 минути. Плаката се изсушава на въздуха и се локализира на зоната на резорцина/ДХТ на късовълнова ултравиолетова светлина (254 nm). Двете съединения имат приблизително еднакви  $R_f$  стойности. Ивиците се обозначават с молив на 2 мм разстояние от външната тъмна гранична линия на ивиците. Тези зони се

отстраняват и адсорбентът на всяка от ивиците се събира в 10 милилитров пикнометър.

- 6.1.7. Адсорбентът, съдържащ пробата, и адсорбентът, съдържащ стандартната смес, се екстрахират по следния начин:  
прибавят се 2 мл метанол (точка 4.2) и се екстрахират в продължение на един час при непрекъснато разбъркване. Сместа се филтрира и екстракцията се повтаря за още 15 минути с 2 мл метанол.
- 6.1.8. Екстрактите се събират и разтворителят се изпарява чрез сушене в продължение на една нощ във вакуум-ексикатор, зареден с подходящ сушилен агент. Не трябва да се подава топлина.
- 6.1.9. Остатъците (точка 6.1.8) се силилират, както е посочено в точка 6.1.9.1 или точка 6.1.9.2.
- 6.1.9.1. С помощта на микроспринцовка се добавят 200 мкл БСТФАА (точка 4.9.1) и сместа се оставя да престои в затворен съд в продължение на 12 часа при стайна температура.
- 6.1.9.2. С микроспринцовка се добавят последователно 200 мкл ХМДС (точка 4.9.2) и 100 мкл ТМХС (точка 4.9.3) и сместа се загрява в затворен съд в продължение на 30 минути при 60° С. Сместа се охлажда.

## 6.2. Газова хроматография

### 6.2.1. Хроматографски условия

Колоната трябва да осигурява разделителна способност R, равна или по-голяма от 1,5, където:

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

където:

- $r_1$  и  $r_2$  = времена на задържане за два пика, в минути,  
 $w_1$  и  $w_2$  = ширини на същите пикове при полувисочината, в мм,  
 $d'$  = скорост на въртене на хартията, в мм за минута.

Като подходящи по отношение на колоната и хроматографското изследване са установени следните условия:

Колона:	материал:	неръждаема стомана
дължина:	200 см	
вътрешен диаметър:	~ 3 мм	
пълнеж:	10 % OV-17 върху Chromosorb WAW, 100 до 120 меша	

Пламъчно-йонизационен детектор

Температури:

колона	185° С (изотермична)
детектор	250° С
отвор за впръскване	250° С

Газ-носител: азот  
дебит: 45 милилитра за минута

Следват се указанията на производителя относно настройките за дебита на водорода и въздуха.

- 6.2.2. В газ-хроматографа се въвеждат от 1 до 3 мкл от разтворите, получени в съответствие с точка 6.1.9. От всеки разтвор (точка 6.1.9) се извършват по пет впръсквания, измерва се площта на пиковете, получените стойности се усредняват и се изчислява съотношението между площта на пиковете:  $S = \text{плоч на пика на резорцина} / \text{плоч на пика на ДХТ}$ .

## 7. ИЗЧИСЛЯВАНЕ

Концентрацията на резорцина в пробата, изразена в масови % (% m/m), се дава от следната формула:

$$\% \text{ резорцин} = \frac{4}{M} \times \frac{S_{\text{проба}}}{S_{\text{стандартна смес}}}$$

където:

M = изследваната порция в грамове (точка 6.1.1),

S<sub>проба</sub> = средното съотношение между площта на пиковите съгласно точка 6.2.2 за разтвора на пробата,

S<sub>стандартна смес</sub> = средното съотношение между площта на пиковите съгласно точка 6.2.2 за стандартната смес.

## 8. ПОВТАРЯЕМОСТ <sup>1</sup>

За съдържание на резорцин около 0,5 %, разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да надхвърля 0,025 % в абсолютна стойност .

## VI. ДОЗИРОВКА НА МЕТАНОЛ ВЪВ ВРЪЗКА С ЕТАНОЛ ИЛИ С ПРОПАН-2-ОЛ

### 1. ЦЕЛ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Този метод се описва дозировката на метанол с газхроматограма във всички типове козметични продукти (включително аерозолните).

Могат да се определят относителни концентрации от порядъка на между 0 и 10 %.

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на метанол, определено в съответствие с настоящия метод, се изразява като масови проценти метанол спрямо етанола или пропан-2-ола.

### 3. ПРИНЦИП

Определянето се извършва чрез газова хроматография.

### 4. РЕАКТИВИ

Всички реактиви трябва да бъдат с аналитична чистота.

#### 4.1. Метанол

#### 4.2. Етанол, абсолютен

#### 4.3. Пропан-2-ол

#### 4.4. Хлороформ, свободен от алкохоли чрез промиване с вода

### 5. АПАРАТУРА

#### 5.1. Газхроматограф:

с детектор Катарометър, за аерозолни проби,

с пламъчно-йонизационен детектор, за неаерозолни проби.

#### 5.2. Пикнометри, 100 мл

#### 5.3. Пипети, 2 мл, 20 мл, 0-1 мл

<sup>1</sup> Съгласно стандарт ISO 5725.

5.4. Микроспринцовки от 0 до 100 мкл и от 0 до 5 мкл и (само за аерозолните проби) специална газонепроницаема спринцовка с плъзгащ вентил, (виж процедурата за вземане на проби, Фигура 5) <sup>1</sup>.

## 6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Приготвяне на пробата

6.1.1. Пробите от аерозолните продукти се вземат в съответствие с Глава II от приложението към Директива на Комисията 80/1335/ЕИО от 22 декември 1980 (1), след което се анализират чрез газова хроматография при условията от точка 6.2.1.

6.1.2. Неаерозолните продукти, от които са взети проби в съответствие с горесцитираната Глава II, се разреждат с вода до концентрация на етанола или пропан-2-ола от порядъка на 1 - 2 %, след което се анализират чрез газова хроматография при условията от точка 6.2.2.

6.2. Газова хроматография

6.2.1. При аерозолните проби се работи с катарометъра.

6.2.1.1. Колоната се запълва с 10 % Hallcomid M18 върху Chromosorb WAW, 100 до 200 меша.

6.2.1.2. Колоната трябва да осигури разделителна способност R, равна или по-голяма от 1,5, където:

$$R = 2 \frac{d' r_2 - d' r_1}{w_1 + w_2} \quad \text{където:}$$

$r_1$  и  $r_2$  = времена на задържане за два пика, в минути,

$w_1$  и  $w_2$  = ширини на същите пикове при полувисочината, в мм,

$d'$  = скорост на въртене на хартията, в мм за минута.

6.2.1.3. Следните условия дават възможност за постигане на посочената разделителна способност:

Колоната:	материал:	неръждаема стомана
	дължина:	3,5 метра
	вътрешен диаметър:	3 мм
	токът на катарометъра:	150 mA

Газ-носител: хелий - налягане: 2,5 бара дебит: 45 милилитра за минута

Температури:

отвор за впръскване 150° C

детектор 150° C

пещ на колоната 65° C

Измерванията на площите на пиковите могат да се подобрят чрез електронно интегриране.

6.2.2. За неаерозолни проби:

6.2.2.1. Колоната се запълва с Chromosorb 105 или Porapak QS и се работи с пламъчно-йонизационния детектор.

6.2.2.2. Колоната трябва да осигури разделителна способност R, равна или по-висока от 1,5:

<sup>1</sup> ОВ L 383, 31. 12. 1980 г., с. 27.

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

където:

$r_1$  и  $r_2$  = времена на задържане за два пика, в минути,

$w_1$  и  $w_2$  = ширини на същите пикове при полувисочината, в мм,

$d'$  = скорост на въртене на хартията, в мм за минута.

6.2.2.3. Цитираната разделителна способност се постига при следните условия:

Колона: материал: неръждаема стомана

дължина: 2 метра

диаметър: 3 мм

Електрометрична чувствителност:  $8 \times 10^{-10}$  А

Газове:

носител: азот налягане: 2,1 бара дебит: 40 милилитра за минута

Спомагателен газ: водород налягане: 1,5 бара дебит: 20 милилитра за минута

Температури:

отвор за впръскване 150° С

детектор 230° С

пещ на колоната 120° С или 130° С

## 7. СТАНДАРТНА КРИВИ

7.1. За газхроматографската процедура от точка 6.2.1 (колона Hallcomid M18) се използват долупосочените стандартни смеси. Смесите се приготвят посредством дозиране с пипети, като точните количества се установяват чрез претегляне на пипетата или колбата непосредствено след всяко добавяне.

Относителна концентрация (m/m %)	Метанол (мл)	Етанол или пропан-2-ол (мл)	Хлороформ, добавен до обем
приблизително 2,5 %	0,5	20	100 мл
приблизително 5,0 %	1,0	20	100 мл
приблизително 7,5 %	1,5	20	100 мл
приблизително 10,0 %	2,0	20	100 мл

В хроматографа се впръскват между 2 и 3 мкл при спазване на условията от точка 6.2.1.

Изчислява се съотношението между площите на пиковете (метанол/етанол) или (метанол/пропан-2-ол) за всяка смес. Начертава се стандартна крива като се използва:

ос X: % метанол по отношение на етанола или пропан-2-ола,

ос Y: съотношение между площите на пиковете (метанол/етанол) или (метанол/ пропан-2-ол).

7.2. За газхроматографската процедура от точка 6.2.2 (Porapak QS или Chromosorb 105) се използват долупосочените стандартни смеси. Смесите се приготвят чрез дозиране с микроспринцовка и пипета, като точното количество се установява чрез претегляне на пипетата или колбата непосредствено след всяко добавяне.

Относителна концентрация (m/m %)	Метанол (мкл)	Етанол или пропан-2-ол (мл)	Вода, добавена до обем
приблизително 2,5 %	50	2	100 мл
приблизително 5,0 %	100	2	100 мл
приблизително 7,5 %	150	2	100 мл
приблизително 10,0 %	200	2	100 мл

В хроматографа се впръскват между 2 и 3 мкл при спазване на условията от точка 6.2.2.

Изчислява се съотношението между площите на пиковете (метанол/етанол) или (метанол/пропан-2-ол) за всяка смес. Начертава се стандартна крива като се използва:

ос X: % метанол спрямо етанола или пропан-2-ола,

ос Y: съотношението между площите на пиковете (метанол/етанол) или (метанол/ пропан-2-ол).

7.3. При двата случая стандартната крива трябва да бъде права линия

8. ПОВТАРЯЕМОСТ <sup>1</sup>

За съдържание на метанол от 5 % по отношение на етанола или пропан-2-ола, разликата между резултатите от две успоредни дозировки, извършени върху една и съща проба, не трябва да надхвърля 0,25 %.

<sup>1</sup> Съгласно стандарт ISO 5725.