

Επίσημη Εφημερίδα

των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων

ISSN 0250-8168

L 178

38ο έτος

28 Ιουλίου 1995

Έκδοση
στην ελληνική γλώσσα

Νομοθεσία

Περιεχόμενα

I	Πράξεις για την ισχύ των οποίων απαιτείται δημοσίευση	
★	Οδηγία 95/31/EK της Επιτροπής της 5ης Ιουλίου 1995 για τη θέσπιση ειδικών κριτηρίων καθαρότητας για τα γλυκαντικά που χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα	1
★	Έκτη οδηγία 95/32/EK της Επιτροπής της 7ης Ιουλίου 1995 σχετικά με τις μεθόδους ανάλυσεως που είναι απαραίτητες για τον έλεγχο της συνθέσεως των καλλυντικών προϊόντων	20

I

(Πράξεις για την ισχύ των οποίων απαιτείται δημοσίευση)

ΟΔΗΓΙΑ 95/31/ΕΚ ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 5ης Ιουλίου 1995

για τη θέσπιση ειδικών κριτηρίων καθαρότητας για τα γλυκαντικά που χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας,

την οδηγία 89/107/ΕΟΚ του Συμβουλίου της 21ης Δεκεμβρίου 1988 για την προσέγγιση των νομοθεσιών των κρατών μελών σχετικά με τα πρόσθετα που μπορούν να χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα τα οποία προορίζονται για την ανθρώπινη διατροφή⁽¹⁾, όπως τροποποιήθηκε από την οδηγία 94/34/ΕΚ⁽²⁾, και ιδίως το άρθρο 3 παράγραφος 3 στοιχείο α),

Μετά από διαβούλευση με την επιστημονική επιτροπή για την ανθρώπινη διατροφή,

Εκτιμώντας:

ότι είναι αναγκαίο να θεσπιστούν κριτήρια καθαρότητας για όλα τα γλυκαντικά που απαριθμούνται στη οδηγία 94/35/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου της 30ής Ιουνίου 1994 για τα γλυκαντικά που προορίζονται να χρησιμοποιηθούν στα τρόφιμα⁽³⁾.

ότι είναι αναγκαίο να ληφθούν υπόψη οι προδιαγραφές και τεχνικές ανάλυσης γλυκαντικών όπως αυτές εκτίθενται στον Codex Alimentarius και περιγράφονται από την κοινή επιτροπή εμπειρογνομόνων FAO/OMS για τα πρόσθετα τροφίμων·

ότι πρόσθετα τροφίμων που παρασκευάζονται με μεθόδους παραγωγής ή από πρώτες ύλες σημαντικά διαφορετικές από εκείνες που καλύπτει η αξιολόγηση της επιστημονικής επιτροπής για την ανθρώπινη διατροφή ή διαφορετικές από τις αναφερόμενες στην παρούσα οδηγία, πρέπει να παραπέμπονται στην εν λόγω επιτροπή για πλήρη αξιολόγηση, με ιδιαίτερη έμφαση στα κριτήρια καθαρότητας·

ότι τα μέτρα που προβλέπονται στην παρούσα οδηγία είναι σύμφωνα με τη γνώμη της Μόνιμης Επιτροπής για την Ανθρώπινη Διατροφή,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΟΔΗΓΙΑ:

Άρθρο 1

1. Τα κριτήρια καθαρότητας του άρθρου 3 παράγραφος 3 στοιχείο α) της οδηγίας 89/107/ΕΟΚ που εφαρμόζονται στα γλυκαντικά τα οποία αναφέρονται στην οδηγία 94/35/ΕΟΚ, περιγράφονται στο παράρτημα.

2. Τα κριτήρια καθαρότητας για τις γλυκαντικές ουσίες E 420 (i), E 420 (ii) και E 421 όπως περιγράφονται στο παράρτημα της παρούσας οδηγίας αντικαθιστούν τα κριτήρια καθαρότητας για τις εν λόγω ουσίες που προβλέπονται στο παράρτημα της οδηγίας 78/663/ΕΟΚ του Συμβουλίου⁽⁴⁾.

Άρθρο 2

1. Τα κράτη μέλη θέτουν σε ισχύ τις νομοθετικές, κανονιστικές και διοικητικές διατάξεις που είναι αναγκαίες για τη συμμόρφωση προς την παρούσα οδηγία το αργότερο έως την 1η Ιουλίου 1996. Ενημερώνουν αμέσως την Επιτροπή σχετικά.

Όταν τα κράτη μέλη θεσπίζουν τις εν λόγω διατάξεις, οι τελευταίες αυτές περιέχουν παραπομπή στην παρούσα οδηγία ή συνοδεύονται από παρόμοια παραπομπή κατά την επίσημη δημοσίευσή τους. Ο τρόπος της παραπομπής καθορίζεται από τα κράτη μέλη.

2. Προϊόντα, ωστόσο, μη συμμορφούμενα προς την παρούσα οδηγία, τα οποία κυκλοφόρησαν στην αγορά ή

⁽¹⁾ ΕΕ αριθ. L 40 της 11. 2. 1989, σ. 27.

⁽²⁾ ΕΕ αριθ. L 237 της 10. 9. 1994, σ. 1.

⁽³⁾ ΕΕ αριθ. L 237 της 10. 9. 1994, σ. 3.

⁽⁴⁾ ΕΕ αριθ. L 223 της 14. 8. 1978, σ. 7.

επισημάνθηκαν προ της ημερομηνίας αυτής, μπορούν να διακινούνται μέχρις εξαντλήσεως των αποθεμάτων.

Άρθρο 4

Η παρούσα οδηγία απευθύνεται στα κράτη μέλη.

Άρθρο 3

Βρυξέλλες, 5 Ιουλίου 1995.

Η παρούσα οδηγία αρχίζει να ισχύει την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή της στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων*.

Για την Επιτροπή
Martin BANGEMANN
Μέλος της Επιτροπής

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

E 420 (i) ΣΟΡΒΙΤΟΛΗ**Συνώνυμα**

D-γλυκιτόλη, D-σορβιτόλη

Ορισμός*Χημική ονομασία*

D-γλυκιτόλη

Einecs

200-061-5

Αριθμός E

E 420 (i)

Χημικός τύπος $C_6H_{14}O_6$ *Σχετικό μοριακό βάρος*

182,17

Δοκιμασία

Ελάχιστη περιεκτικότητα σε ολικές γλυκίτολες 97 % και σε D-σορβιτόλη 91 % επί ξηρού βάρους.

Οι γλυκίτολες είναι ενώσεις με συντακτικό τύπο $CH_2OH-(CHOH)_n-CH_2OH$, όπου «n» θετικός ακέραιος.**Περιγραφή**

Λευκή υγροσκοπική σκόνη, κρυσταλλική σκόνη, νιφάδες ή κόκκοι με γλυκιά γεύση.

Αναγνώριση*A. Διαλυτότητα*

Ευδιάλυτη στο νερό, ελαφρώς διαλυτή σε αιθανόλη.

B. Περιοχή τήξεως

88 °C-102 °C

Γ. Μονοβενζυλιδενο-παράγωγο

Σε 5 g του δείγματος προστίθενται 7 ml της σορβιτόλης μεθανόλης, 1 ml βενζαλδεϋδης και 1 ml υδροχλωρικού οξέος. Αναμειγνύονται και αναταράσσονται σε μηχανικό αναδευτήρα μέχρι να εμφανιστούν κρύσταλλοι. Ακολουθεί διήθηση με τη βοήθεια αναρρόφησης και οι κρύσταλλοι διαλύονται σε 20 ml ζέοντος ύδατος που περιέχει 1 g όξινου ανθρακικού νατρίου, ακολουθεί διήθηση ενώ ακόμη είναι ζεστό, το διήθημα ψύχεται, διηθείται με αναρρόφηση, πλένεται με 5 ml μείγματος μεθανόλης και νερού (1:2) και ξηραίνεται στον αέρα. Οι λαμβανόμενοι κρύσταλλοι τήκονται μεταξύ 173 °C και 179 °C.

Καθαρότητα*Περιεκτικότητα σε νερό*

Το ανώτερο 1 % (μέθοδος Karl Fischer)

Θεική τέφρα

Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους

Ανάγοντα σάκχαρα

Το ανώτερο 0,3 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους

Ολικά σάκχαρα

Το ανώτερο 1 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους

Χλωριούχα

Το ανώτερο 50 mg/kg επί ξηρού βάρους

Θεικά

Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους

Νικέλιο

Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους

Αρσενικό

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
E 420 (ii) — ΣΙΡΟΠΙ ΣΟΡΒΙΤΟΛΗΣ	
Συνώνυμα	Σιρόπι D-γλυκιτόλης
Ορισμός	Σιρόπι σορβιτόλης που παρασκευάζεται με υδρογόνωση σιροπίου γλυκόζης και αποτελείται από D-σορβιτόλη, D-μαννιτόλη και υδρογονωμένους σακχαρίτες. Το μέρος του προϊόντος που δεν είναι D-σορβιτόλη, αποτελείται κυρίως από υδρογονωμένους ολιγοσακχαρίτες που σχηματίζονται με την υδρογόνωση του σιροπίου γλυκόζης που χρησιμοποιείται ως πρώτη ύλη (περίπτωση στην οποία το σιρόπι δεν κρυσταλλώνει) ή μαννιτόλη. Μπορεί να υπάρχουν και μικρές ποσότητες από γλυκιτόλες με $n \leq 4$. Οι γλυκιτόλες είναι ενώσεις με συντακτικό τύπο $\text{CH}_2\text{OH}-(\text{CHOH})_n-\text{CH}_2\text{OH}$, όπου «n» θετικός ακέραιος.
<i>Einecs</i>	270-337-8
<i>Αριθμός E</i>	E 420 (ii)
<i>Δοκιμασία</i>	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε ολικά στερεά 69 % και σε D-σορβιτόλη 50 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Διαυγές, άχρωμο υδατικό διάλυμα με γλυκιά γεύση.
Αναγνώριση	Αναμείξιμο με νερό, με γλυκερίνη και με προπανοδιόλη 1,2 Σε 5 g του δείγματος, προστίθενται 7 ml μεθανόλης, 1 ml βενζαλδεϋδης και 1 ml υδροχλωρικού οξέος. Αναμειγνύονται και αναταράσσονται σε μηχανικό αναδευτήρα μέχρι να εμφανιστούν κρύσταλλοι. Ακολουθεί διήθηση με τη βοήθεια αναρρόφησης και στη συνέχεια οι κρύσταλλοι διαλύονται σε 20 ml ζέοντος ύδατος που περιέχει 1 g οξίνου ανθρακικού νατρίου και ακολουθεί διήθηση ενώ το διάλυμα είναι ακόμη ζεστό. Το διήθημα ψύχεται, διηθείται με αναρρόφηση, πλένεται με 5 ml μείγματος μεθανόλης-νερού (1:2) και ξηραίνεται στον αέρα. Οι λαμβανόμενοι κρύσταλλοι τήκονται μεταξύ 173 °C και 179 °C.
Καθαρότητα	
<i>Περιεκτικότητα σε νερό</i>	Το ανώτερο 31 % (μέθοδος Karl Fischer)
<i>Θευκή τέφρα</i>	Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους
<i>Ανάγοντα σάκχαρα</i>	Το ανώτερο 0,3 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους
<i>Χλωριούχα</i>	Το ανώτερο 50 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Θευκά</i>	Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Νικέλιο</i>	Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Αρσενικό</i>	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

E 421 — MANNITOLH

Συνώνυμα	D-μαννιτόλη
Ορισμός	
<i>Χημική ονομασία</i>	D-μαννιτόλη
<i>Einecs</i>	200-711-8
<i>Αριθμός E</i>	E-421
<i>Χημικός τύπος</i>	C ₆ H ₁₄ O ₆
<i>Σχετικό μοριακό βάρος</i>	182,2
<i>Δοκιμασία</i>	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε D-μαννιτόλη 96 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Κρυσταλλική, άοσμη, λευκή σκόνη με γλυκιά γεύση.
Αναγνώριση	
A. Διαλυτότητα	Διαλυτή στο νερό, πολύ λίγο διαλυτή σε αιθανόλη, πρακτικώς αδιάλυτη σε χλωροφόρμιο και σε αιθέρα.
B. Περιοχή τήξεως	165 °C-169 °C, ενώ σε χαμηλότερη θερμοκρασία μαλακώνει.
Καθαρότητα	
<i>Απώλεια κατά την ξήρανση</i>	Το ανώτερο 0,3 % (105 °C, 4 ώρες)
<i>pH</i>	Μεταξύ 5 και 8 Προστίθεται 0,5 ml κεκορεσμένου διαλύματος χλωριούχου καλίου σε 10 ml διαλύματος 10 % κ.β. και στη συνέχεια μετρείται το pH.
<i>Ειδική στροφοική ικανότητα</i>	(α) ²⁰ Η ειδική στροφοική ικανότητα βορικού διαλύματος υπολογιζόμενη με βάση την άνυδρη ουσία κυμαίνεται μεταξύ + 23 ° και + 25 °
<i>Θεωική τέφρα</i>	Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους
<i>Ανάγοντα σάκχαρα</i>	Το ανώτερο 0,3 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους
<i>Ολικά σάκχαρα</i>	Το ανώτερο 1 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους
<i>Χλωριούχα</i>	Το ανώτερο 70 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Θεωικά</i>	Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Νικέλιο</i>	Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Αρσενικό</i>	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

E 953 — ΙΣΟΜΑΛΤΙΤΟΛΗ**Συνώνυμα**

Υδρογονωμένη ισομαλτουλόζη, υδρογονωμένη παλατινόζη

Ορισμός*Χημική ονομασία*

Η ισομαλτιτόλη είναι ένα κατά προσέγγιση ισομοριακό μείγμα από:
D-γλυκοπυρανοζυλ-1,6-D-γλυκιδόλη και διένυδρη
D-γλυκοπυρανοζυλ-1,1-D-μαννιδόλη.

*Einecs**Αριθμός E*

E 953

Χημικός τύπος

D-γλυκοπυρανοσυλ-1,6-D-γλυκιδόλη: $C_{12}H_{24}O_{11}$
D-γλυκοπυρανοσυλ-1,1-D-μαννιδόλη: $C_{12}H_{24}O_{11} \cdot 2H_2O$

Σχετικό μοριακό βάρος

D-γλυκοπυρανοσυλ-1,6-D-γλυκιδόλη: 344,32
διένυδρη D-γλυκοπυρανοσυλ-1,1-D-μαννιδόλη: 380,32

Δοκιμασία

Ελάχιστη περιεκτικότητα του μείγματος D-γλυκοπυρανοσυλ-1,6-D-γλυκιδόλης και διένυδρης D-γλυκοπυρανοσυλ-1,1-D-μαννιδόλης 95 %, προσδιοριζόμενη επί ξηρού.

Περιγραφή

Άοσμη, λευκή κρυσταλλική, ελαφρώς υγροσκοπική ουσία με γλυκιά γεύση.

Αναγνώριση*A. Διαλυτότητα*

Ελαφρώς διαλυτή στο νερό, αδιάλυτη σε αιθανόλη

B. Ειδική στροφοτική ικανότητα $(\alpha)_D^{20}$: μεταξύ 90 ° και 92 ° (διάλυμα 4 % κ.β)*Γ. Περιοχή τήξεως*

145 °C-150 °C

Καθαρότητα*Περιεκτικότητα σε νερό*

Το ανώτερο 7 % (μέθοδος Karl Fischer)

Θετική τέφρα

Το ανώτερο 0,05 % επί ξηρού βάρους

Ανάγοντα σάκχαρα

Το ανώτερο 1,5 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού

Νικέλιο

Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους

Αρσενικό

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

Μόλυβδος

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Βαρέα μέταλλα

Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

E 965 (i) — ΜΑΛΤΙΤΟΛΗ**Συνώνυμα**

D-μαλτιτόλη, υδρογονωμένη μαλτόζη

Ορισμός*Χημική ονομασία*

(α)-D-γλυκοπυρανοζυλο-1,4-D-γλυκιδόλη

<i>Einecs</i>	209-567-0
<i>Αριθμός E</i>	E 965 (i)
<i>Χημικός τύπος</i>	$C_{12}H_{24}O_{11}$
<i>Σχετικό μοριακό βάρος</i>	344,31
<i>Δοκιμασία</i>	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε D-μαλτιτόλη $C_{12}H_{24}O_{11}$, 98 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Λευκή κρυσταλλική σκόνη με γλυκιά γεύση.
Αναγνώριση	
A. Διαλυτότητα	Ευδιάλυτη στο νερό, ελαφρώς διαλυτή σε αιθανόλη.
B. Περιοχή τήξεως	148 °C—151 °C
Γ. Ειδική στροφοική ικανότητα	$(\alpha)_D^{20} = + 105,5^\circ$ έως $+ 108,5^\circ$ (διάλυμα 5 % κ.β.)
Καθαρότητα	
<i>Περιεκτικότητα σε νερό</i>	Το ανώτερο 1 % (μέθοδος Karl Fischer)
<i>Θετική τέφρα</i>	Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους
<i>Ανάγοντα σάκχαρα</i>	Το ανώτερο 0,1 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους
<i>Χλωριούχα</i>	Το ανώτερο 50 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Θειικά</i>	Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Νιζέλιο</i>	Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Αρσενικό</i>	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
E 965 (ii) — ΣΙΡΟΠΙ ΜΑΛΤΙΤΟΛΗΣ	
Συνώνυμα	Υδρογονωμένο σιρόπι γλυκόζης υψηλής περιεκτικότητας σε μαλτόζη, υδρογονωμένο σιρόπι γλυκόζης
Ορισμός	
<i>Χημική ονομασία</i>	Μείγμα αποτελούμενο κυρίως από μαλτιτόλη με σορβιτόλη και υδρογονωμένους ολιγο- και πολυσακχαρίτες. Παρασκευάζεται με καταλυτική υδρογόνωση σιροπίου γλυκόζης υψηλής περιεκτικότητας σε μαλτόζη. Το προϊόν διατίθεται στο εμπόριο τόσο υπό μορφή σιροπίου όσο και ως στερεό προϊόν.
<i>Einecs</i>	270-337-8

Αριθμός E	E 965 (ii)
Δοκιμασία	Επί ξηρού, παρουσιάζει τις ακόλουθες περιεκτικότητες: Μαλιτιόλη τουλάχιστον 50 % Σορβιτόλη το ανώτερο 8 % Μαλτοτριτόλη το ανώτερο 25 % Υδρογονωμένοι πολυσακχαρίτες με περισσότερες από τρεις μονάδες γλυκόζης ή γλυκιτόλης το ανώτερο 30 %
Περιγραφή	Άχρωμα και άοσμα, διαυγή ιξώδη υγρά με γλυκιά γεύση ή λευκές κρυσταλλικές μάζες με γλυκιά γεύση.
Αναγνώριση	
A. Διαλυτότητα	Ευδιάλυτο στο νερό, ελαφρώς διαλυτό σε αιθανόλη.
B. Χρωματογραφία λεπτής στοιβάδας	Εξετάζεται με χρωματογραφία λεπτής στοιβάδας χρησιμοποιώντας πλακίδιο με επίστρωση silica gel πάχους 0,25 mm
Καθαρότητα	
Περιεκτικότητα σε νερό	Το ανώτερο 31 % (μέθοδος Karl Fischer)
Θεική τέφρα	Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους
Ανάγοντα σάκχαρα	Το ανώτερο 0,3 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους
Χλωριούχα	Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους
Θευικά	Το ανώτερο 50 mg/kg επί ξηρού βάρους
Νικέλιο	Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους
Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
Βαρέα μέταλλα	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

E 966 — ΛΑΚΤΙΤΟΛΗ

Συνώνυμα	Λακτίτης, λακτοζιτόλη, λακτοβιοσίτης
Ορισμός	
Χημική ονομασία	4-O-β-D-γαλακτοπυρανοζυλο-D-γλυκιτόλη
Einecs	209-566-5
Αριθμός E	E 966
Χημικός τύπος	C ₁₂ H ₂₄ O ₁₁
Σχετικό μοριακό βάρος	344,32
Δοκιμασία	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε λακτιτόλη, 95 % επί ξηρού βάρους.

Περιγραφή

Κρυσταλλικές σκόνες ή άχρωμα διαλύματα με γλυκιά γεύση. Οι κρυσταλλικές σκόνες ευρίσκονται τόσο σε μονοένυδρη όσο και σε διένυδρη μορφή.

Αναγνώριση

A. Διαλυτότητα

Ευδιάλυτη στο νερό

B. Ειδική στροφική ικανότητα

$(\alpha)_D^{20} = +13^\circ$ έως $+16^\circ$ υπολογιζόμενη σε άνυδρη βάση (υδατικό διάλυμα 10 % κ.β.)

Καθαρότητα

Περιεκτικότητα σε νερό

Το ανώτερο 10,5 % (μέθοδος Karl Fischer) στα κρυσταλλικά προϊόντα

Άλλες πολυόλες

Το ανώτερο 2,5 % σε άνυδρη βάση επί ξηρού βάρους

Ανάγοντα σάκχαρα

Το ανώτερο 0,2 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους

Χλωριούχα

Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους

Θευικά

Το ανώτερο 200 mg/kg επί ξηρού βάρους

Θευκή τέφρα

Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους

Νικέλιο

Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους

Αρσενικό

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

Μόλυβδος

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Βαρέα μέταλλα

Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

E 967 — ΞΥΛΙΤΟΛΗ**Συνώνυμα**

Ξυλιτόλη, Ξυλίτης

Ορισμός

Χημική ονομασία

D-Ξυλιτόλη

Einecs

201-788-0

Αριθμός E

E 967

Χημικός τύπος

$C_5H_{12}O_5$

Σχετικό μοριακό βάρος

152,15

Δοκιμασία

Ελάχιστη περιεκτικότητα σε Ξυλιτόλη, 98,5 % επί ξηρού.

Περιγραφή

Λευκή, κρυσταλλική σκόνη, πρακτικώς άοσμη με πολύ γλυκιά γεύση.

Αναγνώριση

A. Διαλυτότητα

Ευδιάλυτη στο νερό, ελάχιστα διαλυτή σε αιθανόλη.

B. Περιοχή τήξεως

Μεταξύ 92°C - 96°C

Γ. pH

5—7 (υδατικό διάλυμα 10 % κ.β.)

Καθαρότητα

<i>Απώλεια κατά την ξήρανση</i>	Το ανώτερο 0,5 % (ξηραίνεται 0,5 g δείγματος εν κενώ υπεράνω φωσφόρου στους 60 °C επί 4 ώρες)
<i>Θευκή τέφρα</i>	Το ανώτερο 0,1 % επί ξηρού βάρους
<i>Ανάγοντα σάκχαρα</i>	Το ανώτερο 0,2 % εκφρασμένα σε γλυκόζη επί ξηρού βάρους
<i>Άλλες πολυνδρικές αλκοόλες</i>	Το ανώτερο 1 % επί ξηρού βάρους
<i>Νικέλιο</i>	Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Αρσενικό</i>	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
<i>Χλωριούχα</i>	Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Θευκά</i>	Το ανώτερο 200 mg/kg επί ξηρού βάρους

E 950 — ΑΚΕΣΟΥΛΦΑΜΙΚΟ ΚΑΛΙΟ**Συνώνυμα**

Ακεσουλφαμικό κάλιο, ακεσουλφάμη, άλας καλίου του 3,4-διυδρο-6-μεθυλ-1,2,3-οξαθει-αζιν-4-ονο-2,2-διοξειδίου

Ορισμός

<i>Χημική ονομασία</i>	Άλας καλίου του 6-μεθυλ-1,2,3-οξαθειαζιν-4(3H)-ονο-2,2-διοξειδίου
<i>Einecs</i>	259-715-3
<i>Αριθμός E</i>	E 950
<i>Χημικός τύπος</i>	C ₄ H ₄ NO ₄ SK
<i>Σχετικό μοριακό βάρος</i>	201,24
<i>Δοκιμασία</i>	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε C ₄ H ₄ NO ₄ SK, 99 % επί ξηρού

Περιγραφή

Αοση, λευκή, κρυσταλλική σκόνη με έντονα γλυκιά γεύση. Περίπου 200 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη.

Αναγνώριση

<i>A. Διαλυτότητα</i>	Ευδιάλυτο στο νερό, πολύ λίγο διαλυτό σε αιθανόλη.
<i>B. Απορρόφηση στο υπεριώδες</i>	Μέγιστο απορρόφησης στα 227 ± 2 nm για διάλυμα 10 mg σε 1 000 ml νερό.

Καθαρότητα

<i>Απώλεια κατά την ξήρανση</i>	Το ανώτερο 1 % (105 °C, 2 ώρες)
---------------------------------	---------------------------------

Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Σελήνιο	Το ανώτερο 30 mg/kg επί ξηρού βάρους
Φθοριοϋόχα	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
Βαρέα μέταλλα	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

E 951 — ΑΣΠΑΡΤΑΜΗ

Συνώνυμα	Ασπαρτυλο-φαινυλαλανινο μεθυλεστερας
Ορισμός	
Χημική ονομασία	N-L-α (Ασπαρτυλο-L-φαινυλαλανινο-1-μεθυλεστερας N-μεθυλεστερας του 3-αμινο-N-(α-καρβομεθοξυ-φαιναιθυλο)-ηλεκτραμικού οξέος.
Einecs	245-261-3
Αριθμός E	E 951
Χημικός τύπος	$C_{14}H_{18}N_2O_5$
Σχετικό μοριακό βάρος	294,31
Δοκιμασία	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε $C_{14}H_{18}N_2O_5$, 98 % και μέγιστη 102 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Λευκή, άοσμη, κρυσταλλική σκόνη με γλυκιά γεύση. Περίπου 200 φορές γλυκύτερη από τη σακχαρόζη.
Αναγνώριση	
Διαλυτότητα	Ελαφρώς διαλυτή στο νερό και σε αιθανόλη.
Καθαρότητα	
Απώλεια κατά την ξήρανση	Το ανώτερο 4,5 % (105 °C, 4 ώρες)
Θευκή τέφρα	Το ανώτερο 0,2 % επί ξηρού βάρους
pH	Μεταξύ 4,5 και 6,0 (διάλυμα 1 στα 125)
Διαφάνεια	Η διαφάνεια διαλύματος 1 % σε 2N υδροχλωρικό οξύ, προσδιοριζόμενη σε κυψελίδα 1 cm στα 430 nm με κατάλληλο φασματοφωτόμετρο και με 2N υδροχλωρικό οξύ ως διάλυμα αναφοράς, είναι κατ' ελάχιστο 0,95, ισοδύναμη με απορρόφηση 0,022 περίπου κατ' ανώτατο όριο.
Ειδική στροφοική ικανότητα	$(\alpha)_D^{20} = + 14,5^\circ$ έως $+ 16,5^\circ$ επί ξηρού βάρους. Προσδιορίζεται σε διάλυμα 4 % σε μυρμηγκικό οξύ 15N εντός 30 λεπτών από την παρασκευή του διαλύματος του δείγματος.
Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Βαρέα μέταλλα

Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

5-βενζύλο-3,6-διοξο-πιπεραζινοξικό οξύ

Το ανώτερο 1,5 % επί ξηρού βάρους

E 952 — ΚΥΚΛΑΜΙΚΟ ΟΞΥ ΚΑΙ ΤΑ ΜΕΤΑ Na ΚΑΙ Ca ΑΛΑΤΑ ΑΥΤΟΥ**(I) ΚΥΚΛΑΜΙΚΟ ΟΞΥ****Συνώνυμα**

Κυκλοεξυλοσουλφαμικό οξύ, κυκλαμικά

Ορισμός

Χημική ονομασία

Κυκλοεξανοσουλφαμικό οξύ, κυκλοεξυλαμινοσουλφονικό οξύ

Einecs

202-898-1

Αριθμός E

E 952

Χημικός τύπος

 $C_6H_{13}NO_3S$

Σχετικό μοριακό βάρος

179,24

Δοκιμασία

Ελάχιστη περιεκτικότητα σε $C_6H_{13}NO_3S$ 98 % και το ισοδύναμο μέγιστης περιεκτικότητας 102 % επί ξηρού**Περιγραφή**

Πρακτικώς άοσμη, λευκή κρυσταλλική σκόνη με γλυκόξινη γεύση. Περίπου 40 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη.

Αναγνώριση

Α. Διαλυτότητα

Διαλυτό στο νερό και σε αιθανόλη.

Β. Δοκιμή καθίζησης

Διάλυμα 2 % οξινίζεται με υδροχλωρικό οξύ, προστίθεται 1 ml ενός κατά προσέγγιση γραμμομοριακού υδατικού διαλύματος χλωριούχου βαρίου και εφόσον θολώσει ή σχηματιστεί ίζημα διηθείται. Στο διαυγές διάλυμα προστίθεται 1 ml διαλύματος νιτρώδους νατρίου 10 %. Σχηματίζεται λευκό ίζημα.

Καθαρότητα

Απώλεια κατά την ξήρανση

Το ανώτερο 1 % (105 °C, 1 ώρα)

Σελήνιο

Το ανώτερο 30 mg/kg εκφρασμένα σε Se επί ξηρού βάρους

Μόλυβδος

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Βαρέα μέταλλα

Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

Αρσενικό

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

Κυκλοεξυλαμίνη

Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους

Δικυκλοεξυλαμίνη

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Ανιλίνη

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

(II) ΚΥΚΛΑΜΙΚΟ ΝΑΤΡΙΟ

Συνώνυμα

Κυκλαμικά, άλας νατρίου του κυκλαμικού οξέος

Ορισμός*Χημική ονομασία*

Κυκλοεξανοσουλφαμικό νάτριο, κυκλοεξυλοσουλφαμικό νάτριο

Einecs

205-348-9

Αριθμός E

E 952

Χημικός τύπος $C_6H_{12}NNaO_3S$ και η διένυδρη μορφή $C_6H_{12}NNaO_3S \cdot 2H_2O$ *Σχετικό μοριακό βάρος*201,22 για την άνυδρη μορφή,
237,22 για την ένυδρη μορφή.*Δοκιμασία*98 % κατ' ελάχιστο όριο και 102 % κατ' ανώτατο όριο επί ξηρού
Για τη διένυδρη μορφή: 84 % κατ' ελάχιστο όριο επί ξηρού**Περιγραφή**

Λευκοί, άοσμοι κρύσταλλοι ή κρυσταλλική σκόνη. Περίπου 30 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη.

Αναγνώριση*Διαλυτότητα*

Διαλυτό στο νερό, πρακτικώς αδιάλυτο σε αιθανόλη.

Καθαρότητα*Απώλεια κατά την ξήρανση*Το ανώτερο 1 % (105 °C, 1 ώρα)
Για τη διένυδρη μορφή, το ανώτερο 15,2 % (105 °C, 2 ώρες)*Σελήνιο*

Το ανώτερο 30 mg/kg εκφρασμένα σε Se επί ξηρού βάρους

Αρσενικό

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

Μόλυβδος

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Βαρέα μέταλλα

Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

Κυκλοεξυλαμίνη

Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους

Δικυκλοεξυλαμίνη

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

Ανιλίνη

Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

III. ΚΥΚΛΑΜΙΚΟ ΑΣΒΕΣΤΙΟ

Συνώνυμα

Κυκλαμικά, άλας ασβεστίου του κυκλαμικού οξέος

Ορισμός*Χημική ονομασία*

Κυκλοεξανοσουλφαμικό ασβέστιο, κυκλοεξυλοσουλφαμικό ασβέστιο

Einecs

205-349-4

Αριθμός E

E 952

Χημικός τύπος $C_{12}H_{24}CaN_2O_6S_2 \cdot 2H_2O$

Σχετικό μοριακό βάρος	432,57
Δοκιμασία	Το ελάχιστο 98 % και το ανώτερο 101 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Λευκοί, άχρωμοι κρύσταλλοι ή κρυσταλλική σκόνη. Περίπου 30 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη.
Αναγνώριση	
Διαλυτότητα	Διαλυτό στο νερό, ελάχιστα διαλυτό σε αιθανόλη.
Καθαρότητα	
Απώλεια κατά την ξήρανση	Το ανώτερο 1 % (105 °C, 1 ώρα) Για τη διένυδρη μορφή, το ανώτερο 8,5 % (140 °C, 4 ώρες)
Σελήνιο	Το ανώτερο 30 mg/kg εκφρασμένα σε Se επί ξηρού βάρους
Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
Βαρέα μέταλλα	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
Κυκλοεξυλαμίνη	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
Δικυκλοεξυλαμίνη	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
Ανιλίνη	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους

E 954 — ΣΑΚΧΑΡΙΝΗ ΚΑΙ ΤΑ ΜΕΤΑ Na, K και Ca ΑΛΑΤΑ ΑΥΤΗΣ

(I) ΣΑΚΧΑΡΙΝΗ

Ορισμός

Χημική ονομασία	3-οξο-2,3-διυδροβενζο(d)ισοθειαζολο-1,1-διοξείδιο
Einecs	201-321-0
Αριθμός E	E 954
Χημικός τύπος	C ₇ H ₅ NO ₃ S
Σχετικό μοριακό βάρος	183,18
Δοκιμασία	Το ελάχιστο 99 % και το ανώτερο 101 % C ₇ H ₅ NO ₃ S επί ξηρού.

Περιγραφή

Λευκοί κρύσταλλοι ή λευκή κρυσταλλική σκόνη, άοσμη ή με ελαφρά αρωματική οσμή και με γλυκιά γεύση ακόμη και σε πολύ αραιά διαλύματα. Περίπου 300 έως 500 φορές γλυκύτερη από τη σακχαρόζη.

Αναγνώριση

Διαλυτότητα	Ελαφρώς διαλυτή στο νερό, διαλυτή σε βασικά διαλύματα, ελάχιστα διαλυτή σε αιθανόλη.
-------------	--

Καθαρότητα

Απώλεια κατά την ξήρανση	Το ανώτερο 1 % (105 °C, 2 ώρες)
Θερμοκρασία τήξεως	226 °C-230 °C
Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Σελήνιο	Το ανώτερο 30 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
Βαρέα μέταλλα	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
Θευκή τέφρα	Το ανώτερο 0,2 % επί ξηρού βάρους
Βενζοϊκό και σαλικυλικό οξύ	Σε 10 ml διαλύματος 1 στα 20, οξιμισμένο προηγουμένως με 5 σταγόνες οξικού οξέος προστίθενται 3 σταγόνες ενός κατά προσέγγιση γραμμομοριακού υδατικού διαλύματος χλωριούχου τρισθενούς σιδήρου. Δεν εμφανίζεται ίζημα ή ιώδης χρώση.
ο-Τολουολοσουλφοναμίδιο	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
p-Τολουολοσουλφοναμίδιο	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
p-σουλφοναμίδιο του βενζοϊκού οξέος	Το ανώτερο 25 mg/kg επί ξηρού βάρους
Ευκόλως απανθρακούμενες ουσίες	Καθόλου

II. ΣΑΚΧΑΡΙΝΙΚΟ ΝΑΤΡΙΟ**Συνώνυμα**

Σακχαρίνη, άλας νατρίου της σακχαρίνης

Ορισμός

Χημική ονομασία	ο-Βενζοσουλφμιδικό νάτριο, άλας νατρίου της 2,3-διυδρο-3-οξοβενζισοσουλφοναζόλης, διένυδρο άλας νατρίου του 1,2-βενζισοθειαζολιν-3-ονο-1,1-διοξειδίου
Einecs	204-886-1
Αριθμός E	E 954
Χημικός τύπος	$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$
Σχετικό μοριακό βάρος	241,19
Δοκιμασία	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε $C_7H_4NNaO_3S$ 99 % και μέγιστη 101 % επί ξηρού

Περιγραφή

Λευκοί κρύσταλλοι ή λευκή κρυσταλλική εξανθούσα σκόνη, άοσμη ή με ελαφρά οσμή και με εντόνως γλυκιά γεύση, ακόμη και σε πολύ αραιά διαλύματα. Περίπου 300 έως 500 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη σε αραιά διαλύματα.

Αναγνώριση

Διαλυτότητα	Απεριόριστα διαλυτό στο νερό, ελάχιστα διαλύτο σε αιθανόλη.
-------------	---

Καθαρότητα

Απώλεια κατά την ξήρανση	Το ανώτερο 15 % (120 °C, 4 ώρες) επί ξηρού βάρους
--------------------------	---

<i>Αρσενικό</i>	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Σελήνιο</i>	Το ανώτερο 30 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
<i>Βενζοϊκά και σαλικυλικά</i>	Σε 10 ml διαλύματος 1 προς 20, οξινισμένο προηγουμένως με 5 σταγόνες οξικού οξέος, προστίθενται 3 σταγόνες ενός κατά προσέγγιση γραμμομοριακού υδατικού διαλύματος χλωριούχου τρισθενούς σιδήρου. Δεν εμφανίζεται ίζημα ή ιώδης χρώση.
<i>ο-Τολουολοσουλφοναμίδιο</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>p-Τολουολοσουλφοναμίδιο</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>p-σουλφοναμίδιο του βενζοϊκού οξέος</i>	Το ανώτερο 25 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Ευκόλως απανθρακούμενες ουσίες</i>	Καθόλου
III. ΣΑΚΧΑΡΙΝΙΚΟ ΑΣΒΕΣΤΙΟ	
Συνώνυμα	Σακχαρίνη, άλας ασβεστίου της σακχαρίνης
Ορισμός	
<i>Χημική ονομασία</i>	ο-Βενζοσουλφμιδικό ασβέστιο, άλας ασβεστίου της 2,3-διωδρο-3-οξοβενζισοσουλφοναζόλης, ένυδρο (2:7) άλας ασβεστίου του 1,2-βενζισοθειαζολιν-3-ονο-1,1-διοξειδίου
<i>Einecs</i>	229-349-9
<i>Αριθμός E</i>	E- 954
<i>Χημικός τύπος</i>	$C_{14}H_8CaN_2O_6S_2 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$
<i>Σχετικό μοριακό βάρος</i>	467,48
<i>Δοκιμασία</i>	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε $C_{14}H_8CaN_2O_6S_2$ 95 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Λευκοί κρύσταλλοι ή λευκή κρυσταλλική σκόνη, άοσμη ή με ελαφρά οσμή και με εντόνως γλυκιά γεύση, ακόμη και σε πολύ αραιά διαλύματα. Περίπου 300 έως 500 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη σε αραιά διαλύματα.
Αναγνώριση	
<i>Διαλυτότητα</i>	Απεριόριστα διαλυτό στο νερό, ελάχιστα διαλυτό σε αιθανόλη.
Καθαρότητα	
<i>Απώλεια κατά την ξήρανση</i>	Το ανώτερο 13,5 % (120 °C, 4 ώρες)
<i>Αρσενικό</i>	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Σελήνιο</i>	Το ανώτερο 30 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Μόλυβδος</i>	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
<i>Βαρέα μέταλλα</i>	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

Βενζοϊκά και σαλικυλικά	Σε 10 ml διαλύματος 1 προς 20, οξινισμένο προηγουμένως με 5 σταγόνες οξικού οξέος, προστίθενται 3 σταγόνες ενός κατά προσέγγιση γραμμομοριακού υδατικού διαλύματος χλωριούχου τρισθενούς σιδήρου. Δεν εμφανίζεται ίζημα ή ωδής χρώση.
ο-Τολουολοσουλφοναμίδιο	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
p-Τολουολοσουλφοναμίδιο	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
p-σουλφοναμίδιο του βενζοϊκού οξέος	Το ανώτερο 25 mg/kg επί ξηρού βάρους
Ευκόλως απανθρακούμενες ουσίες	Καθόλου
(IV) ΣΑΚΧΑΡΙΝΙΚΟ ΚΑΛΙΟ	
Συνώνυμα	Σακχαρίνη, άλας καλίου της σακχαρίνης
Ορισμός	
Χημική ονομασία	ο-Βενζοσουλφιμιδικό κάλιο, άλας καλίου της 2,3-διυδρο-3-οξοβενζισο-σουλφοναζόλης, μονοένυδρο άλας καλίου του 1,2-βενζισοθειαζολιν-3-ονο-1,1-διοξειδίου.
Einecs	
Αριθμός E	E 954
Χημικός τύπος	$C_7H_4KNO_3S \cdot H_2O$
Σχετικό μοριακό βάρος	239,77
Δοκιμασία	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε $C_7H_4KNO_3S$ 99 %, και μέγιστη 101 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Λευκοί κρύσταλλοι ή λευκή κρυσταλλική σκόνη, άοσμη ή με ελαφρά οσμή και με εντόνως γλυκιά γεύση, ακόμη και σε πολύ αραιά διαλύματα. Περίπου 300 έως 500 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη.
Αναγνώριση	
Διαλυτότητα	Απεριόριστα διαλυτό στο νερό, ελάχιστα διαλυτό σε αιθανόλη.
Καθαρότητα	
Απώλεια κατά την ξήρανση	Το ανώτερο 8 % (120 °C, 4 ώρες)
Σελήνιο	Το ανώτερο 30 mg/kg επί ξηρού βάρους
Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 1 mg/kg επί ξηρού βάρους
Βαρέα μέταλλα	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους
Βενζοϊκά και σαλικυλικά	Σε 10 ml διαλύματος 1 προς 20, οξινισμένο προηγουμένως με 5 σταγόνες οξικού οξέος, προστίθενται 3 σταγόνες ενός κατά προσέγγιση γραμμομοριακού υδατικού διαλύματος χλωριούχου τρισθενούς σιδήρου. Δεν εμφανίζεται ίζημα ή ωδής χρώση.
ο-Τολουολοσουλφοναμίδιο	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους
p-Τολουολοσουλφοναμίδιο	Το ανώτερο 10 mg/kg επί ξηρού βάρους

p-σουλφοναμίδιο του βενζοϊκού οξέος

Το ανώτερο 25 mg/kg επί ξηρού βάρους

Ευκόλως απανθρακούμενες ουσίες

Καθόλου

E 957 — ΘΑΥΜΑΤΙΝΗ

Συνώνυμα

Ορισμός

Χημική ονομασία

Η θαυματίνη λαμβάνεται με υδατική εκχύλιση (pH 2,5-4,0) των επισπέρμων του αρπού του φυσιικού στελέχους του *Thaumatococcus* (Benth) και αποτελείται ουσιαστικά από τις πρωτεΐνες θαυματίνη I και θαυματίνη II μαζί με μικρότερες ποσότητες συστατικών του φυτού που προέρχονται από την πρώτη ύλη.

Einecs

258-822-2

Αριθμός E

E 957

Χημικός τύπος

Πολυπεπτίδιο από 207 αμινοξέα

Σχετικό μοριακό βάρος

Θαυματίνη I 22209
Θαυματίνη II 22293

Δοκιμασία

Ελάχιστη περιεκτικότητα σε άζωτο 16 % επί ξηρού, ισοδύναμη με ελάχιστη περιεκτικότητα σε πρωτεΐνες 94 % ($N \times 5,8$).

Περιγραφή

Άοσμη σκόνη με κρεμ χρώμα και με έντονα γλυκιά γεύση. Περίπου 2 000 έως 3 000 φορές γλυκύτερη από τη σακχαρόζη.

Αναγνώριση

Διαλυτότητα

Ευδιάλυτη στο νερό, αδιάλυτη σε ακετόνη.

Καθαρότητα

Απώλεια κατά την ξήρανση

Το ανώτερο 9 % (105 °C μέχρι σταθερού βάρους)

Υδατάνθρακες

Το ανώτερο 3 % επί ξηρού βάρους

Θεική τέφρα

Το ανώτερο 2 % επί ξηρού βάρους

Αργίλιο

Το ανώτερο 100 mg/kg επί ξηρού βάρους

Αρσενικό

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

Μόλυβδος

Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους

Μικροβιολογικά κριτήρια

Ολικός αριθμός αεροβίων μικροβίων: μέγιστο 1 000 g *Escherichia Coli*: καθόλου στο 1 g

E 959 — ΝΕΟΕΣΠΕΡΙΔΙΝΟ ΔΙΥΔΡΟΧΑΛΚΟΝΗ

Συνώνυμα

Νεοεσπεριδινοδιυδροχαλκόνη, NHDC, εσπερετίνη, διυδροχαλκον-4'-β-νεοεσπεριδοσίδη, νεοεσπεριδίνη DC

Ορισμός

Χημική ονομασία

2-0-α-L-ραμνοπυρανοζυλ-4-β-D-πυρανοζυλ-εσπερετίνη διυδροχαλκόνη λαμβάνεται με καταλυτική υδρογόνωση της νεοεσπεριδίνης

<i>Einecs</i>	243-978-6
<i>Αριθμός E</i>	E-959
<i>Χημικός τύπος</i>	$C_{28}H_{36}O_{15}$
<i>Σχετικό μοριακό βάρος</i>	612,6
<i>Δοκιμασία</i>	Ελάχιστη περιεκτικότητα 96 % επί ξηρού.
Περιγραφή	Υπόλευκη, άοσμη, κρυσταλλική σκόνη με χαρακτηριστική εντόνως γλυκιά γεύση. Περίπου 1 000 έως 1 800 φορές γλυκύτερο από τη σακχαρόζη.
Αναγνώριση	
A. Διαλυτότητα	Απεριόριστα διαλυτή σε ζεστό νερό, ελάχιστα διαλυτή σε κρύο νερό, και πρακτικώς αδιάλυτη σε αιθέρα και βενζόλιο.
B. Μέγιστη απορρόφηση στο υπεριώδες	282—283 nm για διάλυμα 2 mg σε 100 ml μεθανόλης
Γ. Δοκιμασία Neu	Διαλύονται περίπου 10 mg νεοεσπεριδίνης DC σε 1 ml μεθανόλης και προστίθεται 1 ml μεθανολικού διαλύματος βορικού 2-αμιναιθυλοδιφαινυλίου. Εμφανίζεται έντονη κίτρινη χρώση.
Καθαρότητα	
Απώλεια κατά την ξήρανση	Το ανώτερο 11 % (105 °C, 3 ώρες)
Θευκή τέφρα	Το ανώτερο 0,2 % επί ξηρού βάρους
Αρσενικό	Το ανώτερο 3 mg/kg επί ξηρού βάρους
Μόλυβδος	Το ανώτερο 2 mg/kg επί ξηρού βάρους
Βαρέα μέταλλα	Το ανώτερο 10 mg/kg εκφρασμένα σε Pb επί ξηρού βάρους

ΕΚΤΗ ΟΔΗΓΙΑ 95/32/ΕΚ ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 7ης Ιουλίου 1995

σχετικά με τις μεθόδους αναλύσεως που είναι απαραίτητες για τον έλεγχο της συνθέσεως των καλλυντικών προϊόντων

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας,

την οδηγία 76/768/ΕΟΚ του Συμβουλίου της 27ης Ιουλίου 1976 περί της προσεγγίσεως των νομοθεσιών των κρατών μελών των αναφερομένων στα καλλυντικά προϊόντα ⁽¹⁾, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από την οδηγία 94/32/ΕΚ της Επιτροπής ⁽²⁾, και ιδίως το άρθρο 8 παράγραφος 1,

Εκτιμώντας:

ότι η οδηγία 76/768/ΕΟΚ προβλέπει επίσημους ελέγχους των καλλυντικών προϊόντων με σκοπό να εξασφαλιστεί η τήρηση των όρων που καθορίζονται από τις κοινοτικές διατάξεις περί της συνθέσεως των καλλυντικών προϊόντων

ότι όλες οι αναγκαίες μέθοδοι αναλύσεως πρέπει να καθορισθούν το συντομότερο δυνατόν· ότι έχουν ήδη εγκριθεί ορισμένες μέθοδοι με τις οδηγίες της Επιτροπής 80/1335/ΕΟΚ ⁽³⁾, όπως τροποποιήθηκε από την οδηγία 87/143/ΕΟΚ ⁽⁴⁾, 82/434/ΕΟΚ ⁽⁵⁾, όπως τροποποιήθηκε από την οδηγία 90/207/ΕΟΚ ⁽⁶⁾, 83/514/ΕΟΚ ⁽⁷⁾, 85/490/ΕΟΚ ⁽⁸⁾ και 93/73/ΕΟΚ ⁽⁹⁾.

ότι ο ποιοτικός και ο ποσοτικός προσδιορισμός του βενζοϊκού οξέος, του 4-υδροξυβενζοϊκού οξέος, του σορβικού οξέος, του σαλικυλικού οξέος και του προπιονικού οξέος στα καλλυντικά προϊόντα και ο ποιοτικός έλεγχος και ο ποσοτικός προσδιορισμός της υδροκινόνης, του μονομεθυλαιθέρα της υδροκινόνης, του μονοαιθυλαιθέρα της υδροκινόνης και του μονοβενζυλαιθέρα της υδροκινόνης στα καλλυντικά προϊόντα αποτελούν ένα έκτο στάδιο·

ότι τα μέτρα που προβλέπονται στην παρούσα οδηγία είναι σύμφωνα με τη γνώμη της επιτροπής για την προσαρμογή στην τεχνική πρόοδο της οδηγίας 76/768/ΕΟΚ,

ΕΞΕΛΩΣΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΟΔΗΓΙΑ:

Άρθρο 1

Τα κράτη μέλη λαμβάνουν όλα τα αναγκαία μέτρα ώστε να εξασφαλίσουν ότι κατά τον επίσημο έλεγχο των καλλυντικών προϊόντων:

— ο ποιοτικός και ο ποσοτικός προσδιορισμός του βενζοϊκού οξέος, του 4-υδροξυβενζοϊκού οξέος, του σορβικού οξέος, του σαλικυλικού οξέος και του προπιονικού οξέος,

— ο ποιοτικός και ο ποσοτικός προσδιορισμός της υδροκινόνης, του μονομεθυλαιθέρα της υδροκινόνης, του μονοαιθυλαιθέρα της υδροκινόνης και του μονοβενζυλαιθέρα της υδροκινόνης,

πραγματοποιούνται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στο παράρτημα.

Άρθρο 2

1. Τα κράτη μέλη θέτουν σε ισχύ τις αναγκαίες νομοθετικές, κανονιστικές και διοικητικές διατάξεις για να συμμορφωθούν με την παρούσα οδηγία το αργότερο μέχρι τις 30 Σεπτεμβρίου 1996. Ενημερώνουν αμέσως την Επιτροπή σχετικά.

Όταν τα κράτη μέλη θεσπίζουν τις εν λόγω διατάξεις, αυτές περιλαμβάνουν παραπομπή στην παρούσα οδηγία ή συνοδεύονται από τέτοια παραπομπή κατά την επίσημη δημοσίευσή τους. Ο τρόπος της παραπομπής αυτής καθορίζεται από τα κράτη μέλη.

2. Τα κράτη μέλη ανακοινώνουν στην Επιτροπή το κείμενο των διατάξεων εσωτερικού δικαίου τις οποίες θεσπίζουν στον τομέα που διέπεται από την παρούσα οδηγία.

Άρθρο 3

Η παρούσα οδηγία αρχίζει να ισχύει την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή της στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων*.

Άρθρο 4

Η παρούσα οδηγία απευθύνεται στα κράτη μέλη.

Βρυξέλλες, 7 Ιουλίου 1995.

Για την Επιτροπή

Emma BONINO

Μέλος της Επιτροπής

⁽¹⁾ ΕΕ αριθ. L 262 της 27. 9. 1976, σ. 169.⁽²⁾ ΕΕ αριθ. L 181 της 15. 7. 1994, σ. 31.⁽³⁾ ΕΕ αριθ. L 383 της 31. 12. 1980, σ. 27.⁽⁴⁾ ΕΕ αριθ. L 57 της 27. 2. 1987, σ. 56.⁽⁵⁾ ΕΕ αριθ. L 185 της 30. 6. 1982, σ. 1.⁽⁶⁾ ΕΕ αριθ. L 108 της 28. 4. 1990, σ. 92.⁽⁷⁾ ΕΕ αριθ. L 291 της 24. 10. 1983, σ. 9.⁽⁸⁾ ΕΕ αριθ. L 295 της 7. 11. 1985, σ. 30.⁽⁹⁾ ΕΕ αριθ. L 231 της 14. 9. 1993, σ. 34.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

I. ΠΟΙΟΤΙΚΟΣ ΚΑΙ ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΟΞΕΟΣ, ΤΟΥ 4-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΟΞΕΟΣ, ΤΟΥ ΣΑΛΙΚΥΛΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΠΡΟΠΙΟΝΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΣΤΑ ΚΑΛΛΥΝΤΙΚΑ**1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Η μέθοδος εφαρμόζεται για τον ποιοτικό και τον ποσοτικό προσδιορισμό των οξέων: βενζοϊκού, 4-υδροξυβενζοϊκού, σορβικού, σαλικυλικού και προπιονικού στα καλλυντικά. Ο ποιοτικός προσδιορισμός αυτών των συντηρητικών, ο ποσοτικός προσδιορισμός του 4-υδροξυβενζοϊκού οξέος, του σαλικυλικού οξέος, του σορβικού οξέος και του βενζοϊκού οξέος και ο ποσοτικός προσδιορισμός του προπιονικού οξέος περιγράφονται σε χωριστά κεφάλαια.

2. Ορισμός

Η περιεκτικότητα σε βενζοϊκό οξύ, 4-υδροξυβενζοϊκό οξύ, σαλικυλικό οξύ, σορβικό οξύ και προπιονικό οξύ όπως προσδιορίζεται με την παρούσα μέθοδο, εκφράζεται σε ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα ελευθέρων οξέων.

A. ΠΟΙΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ**1. Αρχή της μεθόδου**

Ύστερα από εκχύλιση των συντηρητικών σε όξινο/αλκαλικό περιβάλλον, το εκχύλισμα υποβάλλεται σε ανάλυση με χρωματογραφία λεπτής στιβάδας (TLC) με χρησιμοποίηση σχηματισμού παραγώγων επί της πλάκας. Ανάλογα με τα αποτελέσματα, ο ποιοτικός προσδιορισμός επιβεβαιώνεται με υγρή χρωματογραφία υψηλής απόδοσης (HPLC) ή αέριο χρωματογραφία (GC) στην περίπτωση του προπιονικού οξέος.

2. Αντιδραστήρια**2.1. Γενικά**

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας. Το χρησιμοποιούμενο νερό να είναι απεσταγμένο ή ισοδύναμης τουλάχιστον καθαρότητας.

2.2. Ακετόνη**2.3. Διαιθυλαιθέρας****2.4. Ακετονιτρίλιο****2.5. Τολουόλιο****2.6. n-Εξάνιο****2.7. Υγρή παραφίνη****2.8. Υδροχλωρικό οξύ 4M****2.9. Υδατικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου 4M****2.10. Χλωριούχο ασβέστιο, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$** **2.11. Ανθρακικό λίθιο, Li_2CO_3** **2.12. 2-Βρωμο-2'-ακετοναφθόνη****2.13. 4-Υδροξυβενζοϊκό οξύ****2.14. Σαλικυλικό οξύ****2.15. Βενζοϊκό οξύ****2.16. Σορβικό οξύ****2.17. Προπιονικό οξύ**

- 2.18. Διαλύματα αναφοράς
Παρασκευάζονται διαλύματα συγκεντρώσεως 0,1 % (m/v) (100 mg/100 ml) από καθένα από τα τέσσερα συντηρητικά (2.13 έως 2.17) σε διαλυθαιθέρα.
- 2.19. Αντιδραστήριο σχηματισμού παραγώγων
Διάλυμα 50 mg 2-βρωμο-2-ακετοναφθόνης (2.12) σε 10 ml ακετοτριλίου (2.4). Το διάλυμα αυτό πρέπει να παρασκευάζεται κάθε εβδομάδα και να φυλάσσεται στο ψυγείο.
- 2.20. Διάλυμα καταλύτη
Διάλυμα ανθρακικού λιθίου (2.11), συγκεντρώσεως 0,3 % (m/v) (300 mg/100 ml), σε νερό. Το διάλυμα πρέπει να είναι πρόσφατα παρασκευασμένο.
- 2.21. Διαλύτης αναπτύξεως
Τολουόλιο (2.5)/Ακετόνη (2.2) (20: 0,5, n/n)
- 2.22. Παραφίνη (2.7)/n — Εξάνιο (2.6) (1: 2, n/n)
3. Εξοπλισμός
Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός
- 3.1. Υδατόλουτρο θερμορρυθμιζόμενο στους 60 °C
- 3.2. Θάλαμος αναπτύξεως
- 3.3. Πηγή υπεριώδους φωτός μήκους κύματος 254 και 366 nm
- 3.4. Πλάκες λεπτής στοιβάδας Kieselgel 60, χωρίς δείκτη φθορισμού, διαστάσεων 20 cm × 20 cm, πάχους στοιβάδας 0,25 mm, με συμπληρωμένη ζώνη 2,5 × 20 cm (Merck 11845 ή ανάλογες)
- 3.5. Μικροσύριγγα των 10 μl
- 3.6. Μικροσύριγγα των 25 μl
- 3.7. Πυριαντήριο με θερμοστάτη για θερμοκρασίες μέχρι 105 °C
- 3.8. Γυάλινοι δοκιμαστικοί σωλήνες των 50 ml με βιδωτό πώμα
- 3.9. Διηθητικό χαρτί Schleicher & Schull, Weissband αριθ. 5892 ή ανάλογο, διαμέτρου 90 mm
- 3.10. Πεχαμετρικό χαρτί Universal, pH 1-11
- 3.11. Γυάλινα φιαλίδια δειγμάτων των 5 ml
- 3.12. Περιστρεφόμενος εξατμιστής (Rotavapor ή ανάλογος)
- 3.13. Θερμαντική πλάκα
4. Διαδικασία
- 4.1. Προπαρασκευή του δείγματος
Σε γυάλινο δοκιμαστικό σωλήνα των 50 ml με βιδωτό πώμα (3.8), ζυγίζεται περίπου 1 g δείγματος, προστίθενται τέσσερις σταγόνες υδροχλωρικού οξέος 4M (2.8) και 40 ml ακετόνης (2.2). Προκειμένου για ισχυρώς αλκαλικά προϊόντα, όπως το σαπούνι τουαλέτας, πρέπει να προστεθούν 20 σταγόνες υδροχλωρικού οξέος 4M (2.8). Ελέγχεται το pH ώστε να είναι περίπου 2 με πεχαμετρικό χαρτί (3.10). Ο σωλήνας πωματίζεται και ανακινείται ζωηρά ένα λεπτό.
Αν είναι αναγκαίο, για να διευκολυνθεί η εκχύλιση των συντηρητικών στην ακετονική φάση, το μέγμα θερμαίνεται ήπια μέχρι τους 60 °C περίπου, ώστε να τακεί η λιπαρή φάση.
Το διάλυμα ψύχεται σε θερμοκρασία δωματίου και διηθείται με χάρτινο ηθμό (3.9) σε κωνική φιάλη.

Σε κωνική φιάλη των 200 ml μεταγγίζονται 20 ml του διηθήματος, προστίθενται 20 ml νερού και το σύνολο αναμειγνύεται. Ρυθμίζεται το pH του μείγματος στην τιμή περίπου 10 με διάλυμα υδροξειδίου του καλίου 4M (2.9). Για τη μέτρηση του pH χρησιμοποιείται πεχαμετρικό χαρτί (3.10).

Προστίθεται κατόπιν 1 g χλωριούχου ασβεστίου (2.10) και το σύνολο ανακινείται ζωηρά. Ακολουθεί διήθηση με χάρτινο ηθμό (3.9) σε διαχωριστική χοάνη των 250 ml, που ήδη περιέχει 75 ml διαιθυλαιθέρα (2.3). Η χοάνη ανακινείται ζωηρά επί ένα λεπτό και έπειτα αφήνεται σε ηρεμία για να διαχωριστούν οι στοιβάδες. Η υδατική στοιβάδα μεταγγίζεται σε κωνική φιάλη των 250 ml ενώ η αιθερική απορρίπτεται. Με τη βοήθεια πεχαμετρικού χαρτιού (3.10), ρυθμίζεται το pH του υδατικού διαλύματος στην τιμή περίπου 2 με υδροχλωρικό οξύ 4M (2.8). Στη συνέχεια προστίθενται 10 ml διαιθυλαιθέρα (2.3) πωματίζεται η φιάλη και ανακινείται ζωηρά επί ένα λεπτό. Αφήνεται σε ηρεμία για να διαχωριστούν οι στοιβάδες και η αιθερική στοιβάδα μεταγγίζεται σε περιστρεφόμενο εξατμιστή (3.12). Η υδατική στοιβάδα απορρίπτεται.

Η αιθερική στοιβάδα εξατμίζεται και το υπόλειμμα διαλύεται σε 1 ml διαιθυλαιθέρα (2.3). Το λαμβανόμενο διάλυμα μεταγγίζεται σε φιαλίδιο δειγμάτων (3.11)

4.2. Χρωματογραφία λεπτής στοιβάδας

Για κάθε διάλυμα αναφοράς και διάλυμα δείγματος που πρόκειται να υποβληθεί σε χρωματογραφία, τοποθετούνται με σύριγγα (3.5) περίπου 3 μ l διαλύματος ανθρακικού λιθίου (2.20) σε ισαπέχοντα σημεία της γραμμής εκκινήσεως στη συμπληκνωμένη ζώνη μιας πλάκας TLC (3.4). Η πλάκα ξηραίνεται σε ρεύμα ψυχρού αέρα.

Η πλάκα TLC τοποθετείται σε θερμοαντική πλάκα (3.13) που έχει θερμανθεί στους 40 °C, ώστε οι κηλίδες να παραμείνουν όσο το δυνατόν μικρότερες. Με τη βοήθεια μικροσύριγγας (3.5), τοποθετούνται 10 μ l από κάθε διάλυμα αναφοράς (2.18) και διάλυμα δείγματος (4.1) στη γραμμή εκκινήσεως στην πλάκα, ακριβώς στα σημεία όπου έχει τοποθετηθεί το διάλυμα του ανθρακικού λιθίου.

Τέλος τοποθετούνται στην πλάκα περίπου 15 μ l αντιδραστηρίου σχηματισμού παραγώγων (2.19) (διάλυμα 2-βρωμο-2-ακετοναφθόνης), και πάλι ακριβώς πάνω στις ίδιες κηλίδες που έχουν τοποθετηθεί τα διαλύματα αναφοράς/δείγματος και το διάλυμα ανθρακικού λιθίου.

Η πλάκα TLC θερμαίνεται σε πυριαντήριο (3.7) στους 80 °C για 45 λεπτά. Αφού ψυχθεί, η πλάκα, τοποθετείται για ανάπτυξη του χρωματογραφήματος σε θάλαμο αναπτύξεως (3.2) που έχει αφεθεί σε ηρεμία για 15 λεπτά (στον οποίο δεν έχει τοποθετηθεί εσωτερικά διηθητικό χαρτί), με το διαλύτη αναπτύξεως (2.21) (τολουόλιο/ακετόνη), μέχρι το μέτωπο του διαλύτη να διανύσει απόσταση 15 cm (απαιτούμενος χρόνος περίπου 80 λεπτά).

Η πλάκα ξηραίνεται σε ψυχρό ρεύμα αέρα και έπειτα γίνεται η εμφάνιση των κηλίδων σε λάμπα υπεριώδους φωτός (3.3). Για να ενταθεί ο φθορισμός των ασθενών κηλίδων, η πλάκα TLC μπορεί να εμβαπτισθεί σε μείγμα παραφίνης/n-εξανίου (2.22).

5. Ποιοτικός προσδιορισμός

Για κάθε κηλίδα υπολογίζεται η τιμή του συντελεστή R_f.

Οι τιμές R_f και η συμπεριφορά του δείγματος στην υπεριώδη ακτινοβολία συγκρίνονται με τα αντίστοιχα δεδομένα για τα διαλύματα αναφοράς. Μπορούμε να συναγάγουμε προκαταρκτικά συμπεράσματα για την παρουσία και την ταυτότητα των συντηρητικών που υπάρχουν. Εκτελούμε την HPLC που περιγράφεται στο κεφάλαιο Β, ή όταν φαίνεται ότι υπάρχει προπιονικό οξύ, την GC που περιγράφεται στο κεφάλαιο Γ. Συγκρίνουμε τους χρόνους κατακράτησης που προκύπτουν για το δείγμα με τους αντίστοιχους χρόνους των διαλυμάτων αναφοράς.

Ο τελικός ποιοτικός προσδιορισμός των συντηρητικών που περιέχει το δείγμα επιτυγχάνεται με συνδυασμό των αποτελεσμάτων από την TLC και την HPLC ή GC.

B. ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΟΞΕΟΣ, ΤΟΥ 4-ΥΔΡΟΞΥΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΟΞΕΟΣ, ΤΟΥ ΣΟΡΒΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΣΑΛΙΚΥΛΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ

1. Αρχή της μεθόδου

Το δείγμα, αφού οξινοσθεί, εκχυλίζεται με μείγμα αιθανόλης και νερού. Μετά από διήθηση, τα συντηρητικά προσδιορίζονται ποσοτικά με γρήγη χρωματογραφία υψηλής απόδοσης.

2. Αντιδραστήρια

2.1. Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας. Το χρησιμοποιούμενο νερό είναι απεσταγμένο ή ισοδύναμης τουλάχιστον καθαρότητας.

2.2. Απόλυτη αιθανόλη

2.3. 4-Υδροξυ-βενζοϊκό οξύ

- 2.4. Σαλικυλικό οξύ
- 2.5. Βενζοϊκό οξύ
- 2.6. Σορβικό οξύ
- 2.7. Οξικό νάτριο με 3 μόρια H_2O ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)
- 2.8. Οξικό οξύ, $d_4^{20} = 1.05$ g/ml
- 2.9. Ακετονιτρίλιο
- 2.10. Θειικό οξύ 2M
- 2.11. Υδατικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου 0,2M
- 2.12. 2-Μεθοξυ-βενζοϊκό οξύ
- 2.13. Μείγμα αιθανόλης/νερού: 9 όγκοι αιθανόλης (2.2) αναμειγνύονται με 1 όγκο νερού (2.1)
- 2.14. Διάλυμα εσωτερικού προτύπου
Παρασκευάζεται διάλυμα περιεκτικότητας περίπου 1 g 2-μεθοξυ-βενζοϊκού οξέος (2.12) ανά 500 ml μείγματος αιθανόλης/νερού (2.13).
- 2.15. Κινητή φάση για την HPLC
- 2.15.1. Ρυθμιστικό διάλυμα: σε 1 λίτρο νερού προστίθενται 6,35 g οξικού νατρίου (2.7) και 20,0 ml οξικού οξέος (2.8) και αναμειγνύονται.
- 2.15.2. Η κινητή φάση παρασκευάζεται με ανάμειξη 9 όγκων οξικού ρυθμιστικού διαλύματος (2.15.1) και 1 όγκου ακετονιτρίλιου (2.9).
- 2.16. Μητρικό διάλυμα συντηρητικών
Σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml, ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,05 g 4-υδροξυβενζοϊκού οξέος (2.3), 0,2 g σαλικυλικού οξέος (2.4), 0,2 g βενζοϊκού οξέος (2.5) και 0,05 g σορβικού οξέος (2.6) και ο όγκος συμπληρώνεται έως τη χαραγή με μείγμα αιθανόλης/νερού (2.13). Το διάλυμα φυλάσσεται στο ψυγείο και είναι σταθερό μια εβδομάδα.
- 2.17. Πρότυπα διαλύματα συντηρητικών
Από το μητρικό διάλυμα (2.16) λαμβάνονται ποσότητες 8,00, 4,00, 2,00, 1,00 και 0,50 ml και φέρονται σε ισάριθμες ογκομετρικές φιάλες των 20 ml. Προστίθενται 10,00 ml διαλύματος εσωτερικού προτύπου (2.14), 0,5 ml θειικού οξέος 2M (2.10) και ο όγκος συμπληρώνεται έως τη χαραγή με μείγμα αιθανόλης/νερού (2.13). Τα διαλύματα αυτά πρέπει να έχουν παρασκευαστεί πρόσφατα.
3. **Εξοπλισμός**
- Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός εκτός εάν καθορίζεται διαφορετικά και:
- 3.1. Υδατόλουτρο ρυθμισμένο στους 60 °C
- 3.2. Υγρός χρωματογράφος υψηλής απόδοσης με ανιχνευτή υπεριώδους φωτός μεταβλητού μήκους κύματος και βρόχο έγχυσης 10 μ l
- 3.3. Στήλη:
από ανοξείδωτο χάλυβα, μήκους 12,5-25 cm, εσωτερικής διαμέτρου 4,6 mm, που έχει πληρωθεί με Nucleosil 5C18 ή ανάλογο προσροφητικό υλικό.
- 3.4. Διηθητικό χαρτί Schleicher και Schull, Weissband αριθ. 5892 ή ανάλογο, διαμέτρου 90 mm
- 3.5. Γυάλινοι δοκιμαστικοί σωλήνες των 50 ml με βιδωτό πώμα

- 3.6. Γυάλινα φιαλίδια δειγμάτων των 5 ml
- 3.7. Σφαιρίδια βρασμού από ανθρακοπυρίτιο, διαμέτρου 2-4 mm ή ανάλογα.

4. Διαδικασία

4.1. Προπαρασκευή του δείγματος

4.1.1. Προπαρασκευή δείγματος χωρίς εσωτερικό πρότυπο

Σε γυάλινο δοκιμαστικό σωλήνα των 50 ml με βιδωτό πώμα (3.5) ζυγίζεται 1 g δείγματος. Στο σωλήνα φέρονται με σιφώνιο 1,00 ml θεικού οξέος 2M (2.10) και 40,0 ml μείγματος αιθανόλης/νερού (2.13). Προστίθενται περίπου 1 g σφαιρίδια βρασμού (3.7) ο σωλήνας πωματίζεται και ανακινείται ζωηρά επί ένα λεπτό τουλάχιστον, μέχρι να ληφθεί ομοιογενές εναίωρημα. Ο σωλήνας τοποθετείται για 5 λεπτά ακριβώς σε υδατόλουτρο (3.1) του οποίου η θερμοκρασία έχει ρυθμιστεί στους 60 °C, για να διευκολυνθεί η εκχύλιση των συντηρητικών στην αιθανολική φάση.

Ο σωλήνας ψύχεται αμέσως με τρεχούμενο κρύο νερό και το εκχύλισμα αφήνεται σε ηρεμία στους 5 °C για μία ώρα.

Ακολουθεί διήθηση του εκχυλίσματος με διηθητικό χαρτί (3.3). Περίπου 2 ml του εκχυλίσματος μεταγγίζονται σε φιαλίδιο δειγμάτων (3.6). Το εκχύλισμα φυλάσσεται στους 5 °C και ο ποσοτικός προσδιορισμός με HPLC εκτελείται μέσα σε 24 ώρες μετά την παρασκευή του.

4.1.2. Προπαρασκευή του δείγματος με εσωτερικό πρότυπο

Σε γυάλινο δοκιμαστικό σωλήνα των 50 ml με βιδωτό πώμα (3.5), ζυγίζονται με ακρίβεια 3 δεκαδικών ψηφίων $1 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ (Α γραμμάρια) δείγματος. Στο σωλήνα προστίθενται με σιφώνιο 1,00 ml του θεικού οξέος 2M (2.10) και 30,0 ml μείγματος αιθανόλης/νερού (2.13). Προστίθενται περίπου 1 g σφαιρίδια βρασμού (3.7) και 10,00 ml διαλύματος εσωτερικού προτύπου (2.14). Ο σωλήνας πωματίζεται και ανακινείται ζωηρά ένα λεπτό τουλάχιστον μέχρι να ληφθεί ομοιογενές εναίωρημα. Ο σωλήνας τοποθετείται για 5 λεπτά ακριβώς σε υδατόλουτρο (3.1) του οποίου η θερμοκρασία έχει ρυθμιστεί στους 60 °C, για να διευκολυνθεί η εκχύλιση των συντηρητικών στην αιθανολική φάση.

Ο σωλήνας ψύχεται αμέσως με τρεχούμενο κρύο νερό και το εκχύλισμα αφήνεται σε ηρεμία στους 5 °C για μία ώρα.

Ακολουθεί διήθηση του εκχυλίσματος με διηθητικό χαρτί (3.4). Περίπου 2 ml του διηθήματος μεταγγίζονται σε φιαλίδιο δειγμάτων (3.6). Το εκχύλισμα φυλάσσεται στους 5 °C και ο ποσοτικός προσδιορισμός με HPLC εκτελείται μέσα σε 24 ώρες από την παρασκευή του.

4.2. Υγρή χρωματογραφία υψηλής απόδοσης

Κινητή φάση: ακετονιτρίλιο/ρυθμιστικό διάλυμα οξικών ιόντων (2.15).

Η ταχύτητα ροής της κινούμενης φάσης μέσω της στήλης ρυθμίζεται στα 2,0 ml/λεπτό $\pm 0,5 \text{ ml/λεπτό}$ και το μήκος κύματος του ανιχνευτή ρυθμίζεται στα 240 nm.

4.2.1. Βαθμονόμηση

Εισάγονται στον υγρό χρωματογράφο (3.2) 10 μl από κάθε πρότυπο διάλυμα συντηρητικών (2.17). Από τα λαμβανόμενα χρωματογραφήματα προσδιορίζονται οι λόγοι των υψών των κορυφών που αντιστοιχούν στα υπό ανάλυση συντηρητικά προς το ύψος της κορυφής που αντιστοιχεί στο εσωτερικό πρότυπο. Για κάθε συντηρητικό σχεδιάζεται καμπύλη που παριστά τους λόγους αυτούς συναρτήσει της συγκέντρωσης κάθε προτύπου διαλύματος.

Εξακριβώνεται ότι κατά τη διαδικασία αυτή η σχέση που λαμβάνεται για τα πρότυπα διαλύματα είναι γραμμική.

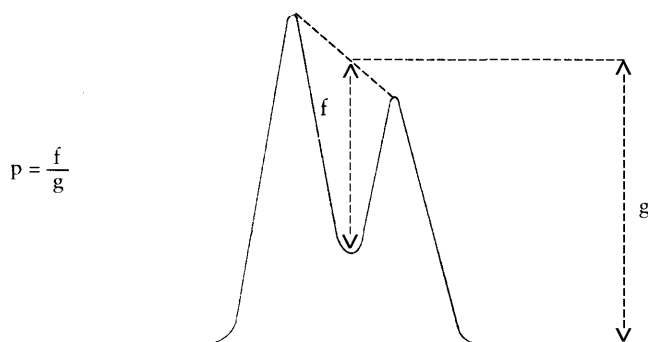
4.2.2. Προσδιορισμός

Εισάγονται στον υγρό χρωματογράφο (3.2) 10 μl από το εκχύλισμα του δείγματος (4.1.1) και καταγράφεται το χρωματογράφημα. Εισάγονται 10 μl προτύπου διαλύματος συντηρητικών (2.17) και καταγράφεται το χρωματογράφημα. Τα δύο χρωματογραφήματα συγκρίνονται. Αν στο χρωματογράφημα του εκχυλίσματος (4.1.1) δεν εμφανίζεται κορυφή με τον ίδιο περίπου χρόνο κατακράτησης που αντιστοιχεί στο 2-μεθοξυ-βενζοϊκό οξύ (το συνιστώμενο εσωτερικό πρότυπο), εισάγονται στον υγρό χρωματογράφο 10 μl από το εκχύλισμα του δείγματος, στο οποίο έχει προστεθεί εσωτερικό πρότυπο (4.1.2) και καταγράφεται το χρωματογράφημα.

Αν στο χρωματογράφημα του εκχυλίσματος του δείγματος (4.1.1) παρεμβάλλεται κορυφή με τον ίδιο χρόνο κατακράτησης με τον 2-μεθοξυ-βενζοϊκό οξύ, θα πρέπει να επιλεγεί άλλο, κατάλληλο εσωτερικό πρότυπο. (Αν από το χρωματογράφημα λείπει κάποιο από τα υπό ανάλυση συντηρητικά, μπορεί να χρησιμοποιηθεί αυτό ως εσωτερικό πρότυπο).

Εξακριβώνεται ότι τα χρωματογραφήματα που λαμβάνονται από πρότυπο διάλυμα και το διάλυμα δείγμα πληρούν τις ακόλουθες απαιτήσεις:

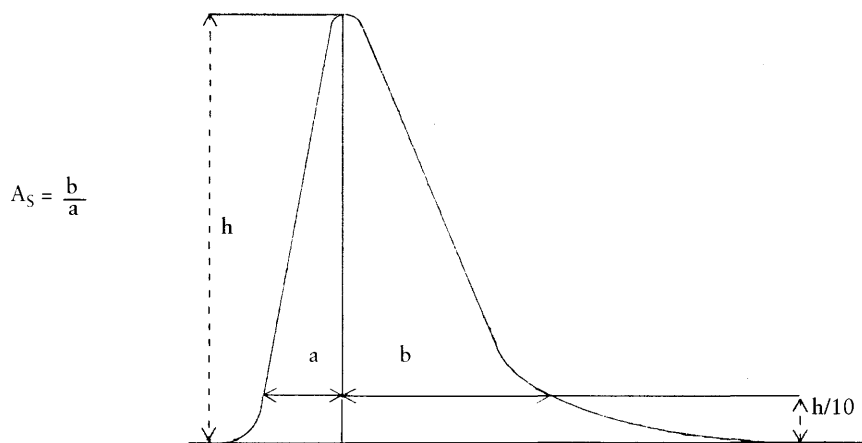
— ο διαχωρισμός των κορυφών προκειμένου για το ζεύγος κορυφών με τον ασαφέστερο διαχωρισμό είναι τουλάχιστον 0,90 (για τον ορισμό του διαχωρισμού των κορυφών βλέπε σχήμα 1).



Σχήμα 1: Διαχωρισμός των κορυφών

Εάν δεν επιτυγχάνεται ο απαιτούμενος διαχωρισμός, θα πρέπει είτε να χρησιμοποιηθεί αποτελεσματικότερη στήλη είτε να ρυθμιστεί η σύνθεση της κινητής φάσης, έτσι ώστε να ικανοποιείται η απαίτηση,

- ο συντελεστής ασυμμετρίας A_s για όλες τις λαμβανόμενες κορυφές κυμαίνεται μεταξύ 0,9 και 1,5 (για τον ορισμό του συντελεστή ασυμμετρίας κορυφών βλέπε σχήμα 2). Κατά την καταγραφή του χρωματογραφήματος για τον προσδιορισμό του συντελεστή ασυμμετρίας, συνιστάται ταχύτητα χαρτιού 2 cm/λεπτό τουλάχιστον,



Σχήμα 2: Συντελεστής ασυμμετρίας κορυφών

- πρέπει να προκύπτει σταθερή γραμμή.

5. Υπολογισμοί

Η συγκέντρωση των οξέων συντηρητικών στο εκχύλισμα του δείγματος υπολογίζεται από τους λόγους των υψών των κορυφών που αντιστοιχούν στα υπό ανάλυση συντηρητικά προς το ύψος της κορυφής που προκύπτει για το 2-μεθοξυ-βενζοϊκό οξύ (εσωτερικό πρότυπο), με τη βοήθεια της καμπύλης αναφοράς. Η περιεκτικότητα του εκχυλίσματος του δείγματος σε βενζοϊκό οξύ, 4-υδοξυβενζοϊκό οξύ, σορβικό οξύ ή σαλικυλικό οξύ εκφραζόμενη σε εκατοστιαία αναλογία κατά μάζα (x_i), υπολογίζεται με τον τύπο:

$$x_i \% (m/m) = \frac{100 \cdot 20 \cdot b}{10^6 \cdot a} = \frac{b}{500 \cdot a}$$

a = μάζα (g) του δείγματος δοκιμής (4.1.2),

b = συγκέντρωση ($\mu g/ml$) του συντηρητικού στο εκχύλισμα του δείγματος (4.1.2), όπως προκύπτει από την καμπύλη αναφοράς.

6. Επαναληψιμότητα ⁽¹⁾

Για περιεκτικότητα σε 4-υδροξυ-βενζοϊκό οξύ 0,40 %, η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,035 % σε απόλυτες τιμές.

Για περιεκτικότητα σε βενζοϊκό οξύ 0,50 %, η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,050 % σε απόλυτες τιμές.

Για περιεκτικότητα σε σαλικυλικό οξύ 0,50 %, η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,045 % σε απόλυτες τιμές.

Για περιεκτικότητα σε σορβικό οξύ 0,60 %, η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,035 % σε απόλυτες τιμές.

7. Παρατηρήσεις

7.1. Τα αποτελέσματα μιας δοκιμής αξιοπιστίας (ruggedness test) στην οποία υποβλήθηκε η μέθοδος έδειξαν ότι η ποσότητα του θεικού οξέος που προστίθεται για την εκχύλιση των οξέων από το δείγμα είναι κρίσιμης σημασίας και κατά συνέπεια η ποσότητα δείγματος που υφίσταται κατεργασία θα πρέπει να βρίσκεται εντός των υποδεικνυμένων ορίων.

7.2. Εφόσον κρίνεται σκόπιμο, μπορεί να χρησιμοποιηθεί κατάλληλη προσθήκη.

Γ. ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΠΡΟΠΙΟΝΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ**1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Αυτή η μέθοδος είναι κατάλληλη για τον προσδιορισμό του προπιονικού οξέος με μέγιστη συγκέντρωση 2 % (m/m) σε όλα τα καλλυντικά προϊόντα.

2. Ορισμός

Η συγκέντρωση του προπιονικού οξέος που μετρείται με αυτή τη μέθοδο, εκφράζεται ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα (% m/m) του προϊόντος.

3. Αρχή της μεθόδου

Ύστερα από κατάλληλη επεξεργασία του προς ανάλυση προϊόντος, ο προσδιορισμός του προπιονικού οξέος γίνεται με αέριο χρωματογραφία και με χρήση του 2-μεθυλοπροπιονικού οξέος ως εσωτερικού προτύπου.

4. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας· πρέπει να χρησιμοποιείται απεσταγμένο νερό ή νερό ισοδύναμης ποιότητας.

4.1. Αιθανόλη 96 % (v/v)

4.2. Προπιονικό οξύ

4.3. 2-μεθυλοπροπιονικό οξύ

4.4. Ορθοφωσφορικό οξύ 10 % (m/v)

4.5. Διάλυμα προπιονικού οξέος

Ζυγίζουμε με ακρίβεια 1,00 g περίπου (ρ γραμμάρια) προπιονικού οξέος μέσα σε ογκομετρική φιάλη 50 ml και συμπληρώνουμε με αιθανόλη (4.1) έως τη χαραγή.

4.6. Διάλυμα εσωτερικού προτύπου

Ζυγίζουμε με ακρίβεια 1,00 g περίπου (ε γραμμάρια) 2-μεθυλοπροπιονικού οξέος σε ογκομετρική φιάλη 50 ml και συμπληρώνουμε με αιθανόλη (4.1) έως τη χαραγή.

⁽¹⁾ ISO 5725.

5. **Εξοπλισμός**

- 5.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός και:
- 5.2. Αέριος χρωματογράφος με ανιχνευτή ιονισμού φλόγας
- 5.3. Γυάλινος σωλήνας (20 × 150 mm) με βιδωτό πώμα
- 5.4. Υδατόλουτρο στους 60 °C
- 5.5. Γυάλινη σύριγγα των 10 ml με διηθητική μεμβράνη (διάμετρος πόρων 0,45 μm)

6. **Εκτέλεση**

6.1. Προπαρασκευή του δείγματος

6.1.1. Προπαρασκευή του δείγματος χωρίς εσωτερικό πρότυπο

Ζυγίζουμε 1 g περίπου από το δείγμα μέσα σε γυάλινο σωλήνα (5.3) και προσθέτουμε 0,5 ml φωσφορικού οξέος (4.4) και 9,5 ml αιθανόλης (4.1).

Κλείνουμε το σωλήνα και ανακινούμε δυνατά. Αν είναι αναγκαίο, τοποθετούμε το σωλήνα στο υδατόλουτρο θερμοκρασίας 60 °C (5.4) για 5 λεπτά ώστε να διαλυθεί πλήρως η λιπαρή φάση. Ψύχουμε γρήγορα με τρεχούμενο νερό. Διηθούμε μέρος του διαλύματος μέσω διηθητικής μεμβράνης (5.5). Χρωματογραφούμε το διήθημα την ίδια ημέρα.

6.1.2. Προπαρασκευή του δείγματος με εσωτερικό πρότυπο

Ζυγίζουμε με ακρίβεια τριών δεκαδικών ψηφίων $1 \pm 0,1$ g (α γραμμάρια) από το δείγμα μέσα σε γυάλινο σωλήνα (5.3) και προσθέτουμε 0,5 ml φωσφορικού οξέος (4.4), 0,5 ml του διαλύματος εσωτερικού προτύπου (4.6) και 9 ml αιθανόλης (4.1).

Κλείνουμε το σωλήνα και ανακινούμε δυνατά. Αν είναι αναγκαίο, τοποθετούμε το σωλήνα σε υδατόλουτρο θερμοκρασίας 60 °C (5.4) για 5 λεπτά ώστε να διαλυθεί πλήρως η λιπαρή φάση. Ψύχουμε γρήγορα με τρεχούμενο νερό. Διηθούμε μέρος του διαλύματος μέσω μεμβράνης (5.5) και χρωματογραφούμε το διήθημα την ίδια ημέρα.

6.2. Συνθήκες για την αέριο χρωματογραφία

Συνιστώνται οι παρακάτω συνθήκες λειτουργίας:

Στήλη

Είδος	ανοξειδωτος χάλυβας
Μήκος	2 m
Διάμετρος	1/8" (~ 3 mm)
Υλικό πλήρωσης	10 % SP TM 1000 (ή ανάλογο) + 1 % H ₃ PO ₄ σε πλέγμα Chromosorb WAW 100-120 mesh

Θερμοκρασία

Είσοδος 200 °C

Στήλη 120 °C

Ανιχνευτής 200 °C

Φέρον αέριο άζωτο

Παροχή 25 ml/min

6.3. Χρωματογραφία

6.3.1. Βαθμονόμηση

Μέσα σε 5 ογκομετρικές φιάλες των 20 ml, μεταφέρουμε με σιφόνιο 0,25, 0,50, 1,00, 2,00 και 4,00 ml, αντίστοιχα, του διαλύματος του προπιονικού οξέος (4.5). Σε κάθε ογκομετρική φιάλη μεταφέρουμε με σιφόνιο 1,00 ml του διαλύματος εσωτερικού προτύπου (4.6) συμπληρώνουμε έως τη χαραγή με αιθανόλη (4.1) και αναμειγνύουμε. Τα διαλύματα που παρασκευάζονται με τον τρόπο αυτό περιέχουν e mg/ml 2-μεθυλοπροπιονικού οξέος ως εσωτερικό πρότυπο (δηλαδή, 1 mg/ml εάν $e = 1,000$) και $p/4$, $p/2$, p , $2p$, $4p$ mg/ml προπιονικού οξέος (δηλαδή 0,25, 0,50, 1,00, 2,00, 4,00 mg/ml εάν $p = 1,000$).

Εισάγουμε 1 μl από καθένα από αυτά τα διαλύματα στο χρωματογράφο και λαμβάνουμε την καμπύλη αναφοράς με τετμημένη το λόγο των μαζών προπιονικού οξέος/2-μεθυλοπροπιονικού οξέος και τεταγμένη το λόγο των αντίστοιχων εμβαδών.

Κάνουμε τρεις ενέσεις από το κάθε διάλυμα και υπολογίζουμε το μέσο όρο των λόγων των εμβαδών της κορυφής.

6.3.2. Προσδιορισμός

Ενύουμε 1 μ l από το διηθημένο δείγμα 6.1.1. Συγκρίνουμε το χρωματογράφημα με εκείνο του προτύπου διαλύματος (6.3.1). Αν κάποια κορυφή έχει περίπου τον ίδιο χρόνο κατακράτησης με το 2-μεθυλοπροπιονικό οξύ, αλλάζουμε το εσωτερικό πρότυπο. Αν δεν παρατηρούμε κάποια παρεμβολή, ενύουμε 1 μ l από το διηθημένο δείγμα 6.1.2 και μετράμε τα εμβαδά της κορυφής του προπιονικού οξέος και της κορυφής του εσωτερικού προτύπου.

Κάνουμε τρεις ενέσεις από το κάθε διάλυμα και υπολογίζουμε το μέσο όρο των λόγων των εμβαδών της κορυφής.

7. Υπολογισμοί

7.1. Από την καμπύλη αναφοράς που λάβαμε κατά τη βαθμονόμηση στο σημείο 6.3.1 λαμβάνουμε το λόγο της μάζας (K) που αντιστοιχεί στο λόγο των εμβαδών της κορυφής που υπολογίσαμε στο σημείο 6.3.2.

7.2. Από το λόγο μάζας που λάβαμε έτοι, υπολογίζουμε την περιεκτικότητα σε προπιονικό οξύ ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα χρησιμοποιώντας τον τύπο:

$$x \% (m/m) = K \frac{0,5 \cdot 100 \cdot e}{50 \cdot a} = K \frac{e}{a}$$

K = όπου: K = λόγος που υπολογίσαμε στο σημείο 7.1,

a = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος που ζυγίσαμε στο σημείο 6.1.2.

e = η μάζα σε γραμμάρια του εσωτερικού προτύπου που ζυγίσαμε στο σημείο 4.6.

Στρογγυλεύουμε τα αποτελέσματα σε 1 δεκαδικό ψηφίο.

8. Επαναληψιμότητα ⁽¹⁾

Για περιεκτικότητα σε προπιονικό οξύ έως 2 % (m/m) η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων των δύο προσδιορισμών που γίνονται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να ξεπερνά το 0,12 %.

II. ΠΟΙΟΤΙΚΟΣ ΚΑΙ ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΥΔΡΟΚΙΝΟΝΗΣ, ΤΟΥ ΥΔΡΟΚΙΝΟΝΟ-ΜΟΝΟΜΕΘΥΛΑΙΘΕΡΑ, ΤΟΥ ΥΔΡΟΚΙΝΟΝΟ-ΜΟΝΟΑΙΘΥΛΑΙΘΕΡΑ ΚΑΙ ΤΟΥ ΥΔΡΟΚΙΝΟΝΟ-ΜΟΝΟΒΕΝΖΥΛΑΙΘΕΡΑ ΣΤΑ ΚΑΛΛΥΝΤΙΚΑ

A. ΠΟΙΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος αυτή περιγράφει την ανίχνευση και τον ποιοτικό προσδιορισμό της υδροκινόννης, του υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρα, του υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρα και του υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρα (μονοβενζόνη) στα καλλυντικά προϊόντα για τη λεύκανση του δέρματος.

2. Αρχή

Ο ποιοτικός προσδιορισμός της υδροκινόννης και των αιθέρων της γίνεται με χρωματογραφία λεπτής στιβάδας (TLC).

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας

⁽¹⁾ ISO 5725.

- 3.1. Αιθανόλη 96 % (v/v)
- 3.2. Χλωροφόρμιο
- 3.3. Διαιθυλαιθέρας
- 3.4. Διαλύτης ανάπτυξης:
Χλωροφόρμιο/διαιθυλαιθέρας, 66:33 (v/v)
- 3.5. Αμμωνία, 25 % m/m ($d_4^{20} = 0,91$ g/ml)
- 3.6. Ασκορβικό οξύ
- 3.7. Υδροκινόνη
- 3.8. Υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρας
- 3.9. Υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρας
- 3.10. Υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρας (μονοβενζόνη)
- 3.11. Διαλύματα αναφοράς
- Τα ακόλουθα διαλύματα αναφοράς πρέπει να έχουν παρασκευαστεί προσφάτως, και είναι σταθερά για μία ημέρα.
- 3.11.1. Ζυγίζονται 0,05 g υδροκινόνης (3.7) μέσα σε βαθμολογημένο δοκιμαστικό σωλήνα των 10 ml. Προστίθενται 0,250 g ασκορβικού οξέος (3.6) και 5 ml αιθανόλης (3.1). Προστίθεται αμμωνία (3.5) μέχρι το pH να γίνει 10 και συμπληρώνεται ο υπόλοιπος όγκος με αιθανόλη (3.1).
- 3.11.2. Ζυγίζονται 0,05 g υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρα (3.8) μέσα σε βαθμολογημένο δοκιμαστικό σωλήνα των 10 ml. Προστίθενται 0,250 g ασκορβικού οξέος (3.6) και 5 ml αιθανόλης (3.1). Προστίθεται αμμωνία (3.5) μέχρι το pH να γίνει 10 και συμπληρώνεται έως τη χαραγή με αιθανόλη (3.1).
- 3.11.3. Ζυγίζονται 0,05 g υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρα (3.9) μέσα σε βαθμολογημένο δοκιμαστικό σωλήνα των 10 ml. Προστίθενται 0,250 g ασκορβικού οξέος (3.6) και 5 ml αιθανόλης (3.1). Προστίθεται αμμωνία (3.5) μέχρι το pH να γίνει 10 και συμπληρώνεται έως τη χαραγή με αιθανόλη (3.1).
- 3.11.4. Ζυγίζονται 0,05 g υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρα (3.10) μέσα σε βαθμολογημένο δοκιμαστικό σωλήνα των 10 ml. Προστίθενται 0,250 g ασκορβικού οξέος (3.6) και 5 ml αιθανόλης (3.1). Προστίθεται αμμωνία (3.5) μέχρι το pH να γίνει 10 και συμπληρώνουμε έως τη χαραγή με αιθανόλη (3.1).
- 3.12. Νιτρικός άργυρος
- 3.13. 12-μολυβδοφωσφορικό οξύ
- 3.14. Σιδηροκυανιούχο κάλιο, εξαϋδρικό
- 3.15. Χλωριούχος σίδηρος, εξαϋδρικός
- 3.16. Αντιδραστήρια ψεκασμού:
- 3.16.1. Σε 5 % (m/v) υδατικό διάλυμα νιτρικού αργύρου (3.12) προστίθεται αμμωνία (3.5) μέχρις ότου διαλυθεί το σχηματιζόμενο ίζημα.
- Προσοχή:* Το διάλυμα καθίσταται εκρηκτικά ασταθές κατά την παραμονή και πρέπει να απορρίπτεται μετά τη χρήση.
- 3.16.2. 10 % (m/v) διάλυμα 12-μολυβδοφωσφορικού οξέος (3.13) σε αιθανόλη (3.1)

- 3.16.3. Παρασκευάζεται 1 % (m/v) υδατικό διάλυμα σιδηροκυανιούχου καλίου (3.14.) και 2 % (m/v) υδατικό διάλυμα χλωριούχου σιδήρου (3.15).

Τοα μέρη των δύο διαλυμάτων αναμειγνύονται αμέσως πριν τη χρήση.

4. Εξοπλισμός

Συνήθης εξοπλισμός εργαστηρίου και:

- 4.1. Συνήθης εξοπλισμός TLC
- 4.2. Πλάκες TLC, έτοιμες προς χρήση: silicagel GHR/UV₂₅₄, 20 cm × 20 cm (Machery, Nagel ή ανάλογη), πάχος στοιβάδας 0,25 mm
- 4.3. Λουτρό υπερήχων
- 4.4. Φυγόκεντρος
- 4.5. Λυχνία υπεριώδους φωτός, 254 nm

5. Διαδικασία

5.1. Παρασκευή του δείγματος:

Ζυγίζονται 3 γραμμάρια δείγματος μέσα σε βαθμολογημένο σωλήνα των 10 ml. Προστίθενται 250 γραμμάρια ασκορβικού οξέος (3.6) και 5 ml αιθανόλης (3.1). Ρυθμίζεται το pH του διαλύματος στο 10, με τη βοήθεια αμμωνίας (3.5). Συμπληρώνεται η φιάλη μέχρι τη χαραγή με αιθανόλη (3.1). Κλείνεται ο σωλήνας με πώμα και ομογενοποιείται μέσα σε λουτρό υπερήχων επί 10 λεπτά. Διηθείται μέσω διηθητικού χαρτιού ή γίνεται φυγοκέντρωση σε 3 000 σ.α.λ.

5.2. TLC

- 5.2.1. Ο θάλαμος χρωματογραφίας κορένεται με διαλύτη ανάπτυξης (3.4).
- 5.2.2. Τοποθετούνται σε πλάκα 2 μl των διαλυμάτων αναφοράς (3.11) και 2 μl του διαλύματος δείγματος (5.1). Αναπτύσσεται η πλάκα σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και σε σκοτάδι μέχρις ότου το μέτωπο του διαλύτη προχωρήσει 15 εκατοστά από την αρχή.
- 5.2.3. Εξάγεται η πλάκα και ξηραίνεται σε θερμοκρασία δωματίου.
- 5.3. Ανίχνευση
- 5.3.1. Παρατηρούμε την πλάκα κάτω από υπεριώδες φως σε 254 nm και σημειώνουμε τη θέση των κηλίδων.
- 5.3.2. Ψεκάζεται η πλάκα με:
- αντιδραστήριο νιτρικού αργύρου (3.16.1) ή
 - αντιδραστήριο 12-μολυβδοφωσφορικού οξέος (3.16.2) και θερμαίνεται σε περίπου 120 °C ή
 - διάλυμα σιδηροκυανιούχου καλίου και διάλυμα χλωριούχου σιδήρου (3.16.3).

6. Ποιοτικός προσδιορισμός

Υπολογίζεται η τιμή R_f για κάθε κηλίδα.

Συγκρίνονται οι κηλίδες του δείγματος με εκείνες που λαμβάνονται για τα διαλύματα αναφοράς, ως προς το R_f, το χρώμα των κηλίδων κάτω από υπεριώδη ακτινοβολία και το χρώμα των κηλίδων μετά τον ψεκασμό με τα αντιδραστήρια ψεκασμού.

Εκτελείται η HPLC που περιγράφεται στο επόμενο κεφάλαιο Β και συγκρίνονται οι χρόνοι κατακράτησης που λαμβάνονται για το δείγμα με εκείνους που λαμβάνονται για τα διαλύματα αναφοράς.

Συνδυάζονται τα αποτελέσματα από τη TLC και την HPLC για να διαπιστωθεί η παρουσία της υδροκινόνης ή των αιθέρων της.

7. Παρατηρήσεις

Κάτω από τις συνθήκες που περιγράφηκαν, παρατηρήθηκαν οι ακόλουθες τιμές R_f:

υδροκινόνη:	0,32
υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρας:	0,53
υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρας:	0,55
υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρας:	0,58.

B. ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος αυτή καθορίζει μια διαδικασία για τον ποσοτικό προσδιορισμό της υδροκινόνης, του υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρα, του υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρα και του υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρα στα καλλυντικά προϊόντα που χρησιμοποιούνται για τη λεύκανση του δέρματος.

2. Αρχή

Το δείγμα εκχυλίζεται με μείγμα νερού και μεθανόλης ύστερα από ελαφρά θέρμανση για την τήξη των λιπιδίων. Ο ποσοτικός προσδιορισμός των ανιχνευόμενων ουσιών στο προκύπτον διάλυμα διενεργείται με γρήγη χρωματογραφία αντίστροφης φάσης και ανιχνευτή υπεριώδους μήκους κύματος.

3. Αντιδραστήρια

3.1. Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας. Το χρησιμοποιούμενο νερό πρέπει να είναι απεσταγμένο ή νερό τουλάχιστον ισοδύναμης καθαρότητας.

3.2. Μεθανόλη

3.3. Υδροκινόνη

3.4. Υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρας

3.5. Υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρας

3.6. Υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρας (Μονοβενζόνη)

3.7. Τετραϋδροφουράνιο, καθαρότητας HPLC

3.8. Μείγμα νερού/μεθανόλης 1:1 (v/v). Αναμειγνύονται ένας όγκος νερού και ένας όγκος μεθανόλης (3.2).

3.9. Κινητή φάση: μείγμα τετραϋδροφουρανίου/νερού 45:55 (v/v).

Αναμειγνύονται 45 όγκοι τετραϋδροφουρανίου (3.7) και 55 όγκοι νερού.

3.10. Διάλυμα αναφοράς

Ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,06 g υδροκινόνης (3.3), 0,08 g υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρα (3.4), 0,10 g υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρα (3.5) και 0,12 g υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρα (3.6) μέσα σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml. Διαλύουμε τα παραπάνω και συμπληρώνουμε έως τη χαραγή με μεθανόλη (3.2). Το διάλυμα αναφοράς παρασκευάζεται με αρραίωση 10,00 ml του παραπάνω διαλύματος μέχρι τα 50,00 ml με μείγμα νερού/μεθανόλης (3.8). Τα διαλύματα αυτά πρέπει να έχουν παρασκευασθεί πρόσφατα.

4. Εξοπλισμός

Συνήθης εξοπλισμός εργαστηρίου και:

4.1. Υδατόλουτρο, με δυνατότητα ρύθμισης της θερμοκρασίας στους 60 °C

4.2. Υγρός χρωματογράφος υψηλής απόδοσης με ανιχνευτή υπεριώδους φωτός μεταβλητού μήκους κύματος και βρόχος έγχυσης 10 µl

4.3. Στήλη:

Στήλη χρωματογραφίας από ανοξείδωτο χάλυβα, μήκους 250 m, εσωτερικής διαμέτρου 4,6 mm, που έχει πληρωθεί με φαινύλιο Zorbax με σωματίδια μεγέθους 6 µm, ή ισοδύναμο (υλικό πληρώσεως:

φαινυλοαιθυλοσιλάνιο χημικά δεσμευμένο σε Zorbax Sil και εξωτερικά καλυμμένο με τριμεθυλοχλωροσιλάνιο) να μη χρησιμοποιείτε άλλη προστήλη εκτός από προστήλη φαινυλίου ή ισοδύναμη.

- 4.4. Διηθητικό χαρτί διαμέτρου 90 mm, Schleicher & Schull, Weissband αριθ. 5892 ή ισοδύναμο

5. Διαδικασία

5.1. Παρασκευή δείγματος

Ζυγίζονται με ακρίβεια τριών δεκαδικών ψηφίων $1 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ (α γραμμάρια) δείγματος μέσα σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml. Διαλύεται το δείγμα με 25 ml μείγμα νερού/μεθανόλης (3.8). Κλείνεται η φιάλη και ανακινείται ζωηρά μέχρι να ληφθεί ομογενές εναίωρημα. Ανακινείται για τουλάχιστον ένα λεπτό. Τοποθετείται η ογκομετρική φιάλη σε υδατόλουτρο (4.1) ρυθμισμένο στους 60°C για την ενίσχυση της εκχύλισης. Κατόπιν η φιάλη ψύχεται και συμπληρώνεται ο υπόλοιπος όγκος έως τη χαραγή με νερό/μεθανόλη (3.8). Διηθείται το εκχύλισμα με τη βοήθεια διηθητικού χαρτιού (4.4).

Ο προσδιορισμός με την HPLC πρέπει να πραγματοποιηθεί εντός 24 ωρών από την παρασκευή του εκχυλίσματος.

5.2. Υγρή χρωματογραφία υψηλής απόδοσης

- 5.2.1. Ρυθμίζεται η ταχύτητα ροής της κινητής φάσης (3.9) στο 1,0 ml/min και το μήκος κύματος του ανιχνευτή στα 295 nm.

- 5.2.2. Εισάγονται με ένεση 10 μl του διαλύματος δείγματος που λαμβάνεται όπως περιγράφηκε στο σημείο 5.1 και λαμβάνεται το χρωματογράφημα.

Μετρώνται τα εμβαδά των κορυφών. Εκτελείται βαθμονόμηση όπως περιγράφεται στο σημείο 5.2.3. Συγκρίνονται τα χρωματογραφήματα που λαμβάνονται για τα διαλύματα δείγματος και για τα πρότυπα διαλύματα. Χρησιμοποιούνται τα εμβαδά των κορυφών και οι συντελεστές απόκρισης (RF) που υπολογίζονται στο σημείο 5.2.3 για τον υπολογισμό της συγκέντρωσης των ανιχνευόμενων ουσιών στο διάλυμα δείγματος.

5.2.3. Βαθμονόμηση

Εισάγονται με ένεση 10 μl του προτύπου διαλύματος (3.10) και καταγράφεται το χρωματογράφημα. Επαναλαμβάνεται η ένεση αρκετές φορές μέχρις ότου ληφθεί σταθερό εμβαδόν κορυφής.

Προσδιορίζεται ο συντελεστής απόκρισης RF_i :

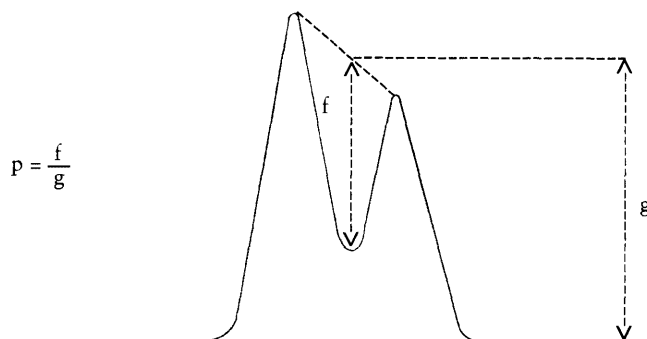
$$RF_i = \frac{p_i}{c_i}$$

p_i = εμβαδόν κορυφής για την υδροκινόννη, τον υδροκινονομονομεθυλαιθέρα, τον υδροκινονομονοαιθυλαιθέρα ή τον υδροκινονομονοβενζυλαιθέρα,

c_i = συγκέντρωση (g/50 ml) στο διάλυμα αναφοράς (3.10) της υδροκινόννης, του υδροκινονομονομεθυλαιθέρα, του υδροκινονομονοαιθυλαιθέρα ή του υδροκινονομονοβενζυλαιθέρα αντίστοιχα.

Εξακριβώνουμε ότι τα χρωματογραφήματα που λαμβάνουμε για ένα πρότυπο διάλυμα και για το δείγμα, ανταποκρίνονται στις ακόλουθες απαιτήσεις:

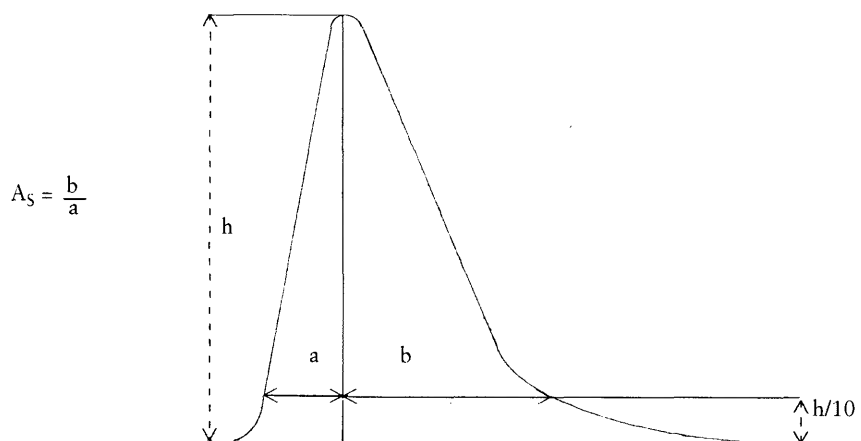
- ο διαχωρισμός των κορυφών του λιγότερο διαχωριζόμενου ζεύγους κορυφών υπερβαίνει το 0,90. Για τον ορισμό του διαχωρισμού των κορυφών, βλέπε σχήμα 1.



Σχήμα 1: Διαχωρισμός κορυφών

Αν δεν επιτευχθεί ο απαιτούμενος διαχωρισμός, είτε πρέπει να χρησιμοποιηθεί αποτελεσματικότερη στήλη, είτε να ρυθμίζεται η σύνθεση της κινητής φάσης μέχρις ότου ικανοποιηθεί η απαίτηση αυτή.

- ο συντελεστής ασυμμετρίας S_s όλων των λαμβανόμενων κορυφών βρίσκεται στο διάστημα 0,9 με 1,5 (για τον ορισμό του συντελεστή ασυμμετρίας κορυφών, βλέπε σχήμα 2). Για την καταγραφή του χρωματογραφήματος για τον προσδιορισμό του συντελεστή ασυμμετρίας, συνιστάται ταχύτητα χαρτιού τουλάχιστον 2 cm/min.



Σχήμα 2: Συντελεστής ασυμμετρίας κορυφών

- λαμβάνουμε σταθερή γραμμή βάσης.

6. Υπολογισμός

Χρησιμοποιούνται τα εμβαδά των κορυφών της ανιχνευόμενης ουσίας για τον υπολογισμό της (των) συγγέντρωσης(ων) του (των) ανιχνευόμενης(ων) ουσίας(ών) στο δείγμα. Υπολογίζεται η συγγέντρωση της ανιχνευόμενης ουσίας στο δείγμα ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα (X_i) από τον τύπο:

$$x_i \% (m/m) = \frac{b_i \cdot 100}{RF_i \cdot a}$$

a = μάζα του δείγματος σε g.

b_i = εμβαδόν κορυφής της ανιχνευόμενης ουσίας στο δείγμα.

RF_i = συντελεστής απόκρισης (5.2.3).

7. Επαναληψιμότητα ⁽¹⁾

- 7.1. Για περιεκτικότητα σε υδροκινόνη 2,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,13 %.
- 7.2. Για περιεκτικότητα σε υδροκινόνο-μονομεθυλαιθέρα 1,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,1 %.
- 7.3. Για περιεκτικότητα σε υδροκινόνο-μονοαιθυλαιθέρα 1,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,11 %.
- 7.4. Για περιεκτικότητα σε υδροκινόνο-μονοβενζυλαιθέρα 1,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,11 %.

8. Αναπαραγωγιμότητα ⁽¹⁾

- 8.1. Για περιεκτικότητα σε υδροκινόνη 2,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα κάτω από διαφορετικές συνθήκες (διαφορετικά εργαστήρια, διαφορετικοί αναλυτές, διαφορετικός εξοπλισμός ή/και διαφορετικός χρόνος) δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,37 %.

⁽¹⁾ ISO 5725.

- 8.2. Για περιεκτικότητα σε υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρα 1,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα κάτω από διαφορετικές συνθήκες (διαφορετικά εργαστήρια, διαφορετικοί αναλυτές, διαφορετικός εξοπλισμός ή/και διαφορετικός χρόνος) δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,21 %.
- 8.3. Για περιεκτικότητα σε υδροκινονο-μονοαιθυλαιθέρα 1,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα κάτω από διαφορετικές συνθήκες (διαφορετικά εργαστήρια, διαφορετικοί αναλυτές, διαφορετικός εξοπλισμός ή/και διαφορετικός χρόνος) δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,19 %.
- 8.4. Για περιεκτικότητα σε υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρα 1,0 % η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται στο ίδιο δείγμα κάτω από διαφορετικές συνθήκες (διαφορετικά εργαστήρια, διαφορετικοί αναλυτές, διαφορετικός εξοπλισμός ή/και διαφορετικός χρόνος) δεν πρέπει να υπερβαίνει σε απόλυτη τιμή το 0,11 %.

9. Παρατηρήσεις

Όταν βρεθεί περιεκτικότητα σε υδροκινόνη σημαντικά μεγαλύτερη από 2 % και απαιτείται ακριβής εκτίμηση της περιεκτικότητας το εκχύλισμα δείγματος (5.1) πρέπει να αραιωθεί σε συγκέντρωση παρόμοια με αυτή που θα λαμβανόταν από δείγμα που περιέχει 2 % υδροκινόνη, και ο προσδιορισμός πρέπει να επαναληφθεί. (Σε ορισμένα όργανα η απορρόφηση μπορεί να βρίσκεται εκτός του εύρους γραμμικότητας του ανιχνευτή για υψηλές συγκεντρώσεις υδροκινόνης).

9.2. Παρεμβολές

Με τη μέθοδο που περιγράφεται παραπάνω προσδιορίζουμε ποσοτικά την υδροκινόνη και τους αιθέρες της σε μια μόνον ισοκρατική εφαρμογή. Η χρήση της στήλης φαινυλίου εξασφαλίζει επαρκή κατακράτηση για την υδροκινόνη, η οποία δεν μπορεί να εξασφαλιστεί όταν χρησιμοποιείται στήλη C18 με την περιγραφόμενη κινητή φάση. Η μέθοδος αυτή, ωστόσο, είναι επιρρεπής σε παρεμβολές από μια σειρά ενώσεων τύπου parabens. Στην περίπτωση αυτή ο προσδιορισμός πρέπει να επαναληφθεί χρησιμοποιώντας ένα διαφορετικό σύστημα κινητής φάσης/ακίνητης φάσης. Κατάλληλες μέθοδοι μπορούν να βρεθούν στις αναφορές ⁽¹⁾ και ⁽²⁾ και συγκεκριμένα:

Στήλη: Zorbax » DS, 4,6 mm × 25 cm ή ισοδύναμη

Θερμοκρασία: 36 °C

Ροή: 1,5 ml/min

Κινητή φάση: για την υδροκινόνη: μεθανόλη/νερό 5/95 (v/v),

για τον υδροκινονο-μονομεθυλαιθέρα: μεθανόλη/νερό 30/70 (v/v),

για τον υδροκινονο-μονοβενζυλαιθέρα: μεθανόλη/νερό 80/20 (v/v) ⁽¹⁾.

Στήλη: Spherisorb S5-ODS ή ισοδύναμη

Κινητή φάση: νερό/μεθανόλη 90:10 (v/v)

Ροή: 1,5 ml/min

Οι συνθήκες αυτές είναι κατάλληλες για την υδροκινόνη ⁽²⁾.

⁽¹⁾ M. Herpol-Borremans et M.O. Masse, Identification et dosage de l'hydroquinone et ses éthers méthylique et benzylique dans les produits cosmétiques pour blanchir la peau, Int. J. Cosmet. Sci 8-203-214 (1986).

⁽²⁾ J. Firth and I. Rix, Determination of Hydroquinone in skin toning creams, Analyst (1986), 111, p. 129.