



SEJM
RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
VIII kadencja
Prezes Rady Ministrów
RM-10-61-18

Druk nr 2556
Warszawa, 11 maja 2018 r.

Pan
Marek Kuchciński
Marszałek Sejmu
Rzeczypospolitej Polskiej

Szanowny Panie Marszałku

Na podstawie art. 118 ust. 1 Konstytucji Rzeczypospolitej Polskiej z dnia 2 kwietnia 1997 r. przedstawiam Sejmowi Rzeczypospolitej Polskiej projekt ustawy

- o produktach kosmetycznych z projektami aktów wykonawczych.

Projekt ma na celu wykonanie prawa Unii Europejskiej.

Informuję Pana Marszałka, że ww. projekt został notyfikowany Komisji Europejskiej w dniu 30 kwietnia 2018 r. pod numerem 2018/0186/PL.

Obowiązkowy okres wstrzymania procedury legislacyjnej projektu ustawy upływa w dniu 31 lipca 2018 r.

W załączeniu przedstawiam także opinię dotyczącą zgodności proponowanych regulacji z prawem Unii Europejskiej.

Jednocześnie informuję, że do prezentowania stanowiska Rządu w tej sprawie w toku prac parlamentarnych został upoważniony Minister Zdrowia.

Z poważaniem

(-) Mateusz Morawiecki

U S T A W A

z dnia

o produktach kosmetycznych^{1), 2), 3)}

Rozdział 1

Przepisy ogólne

Art. 1. Ustawa określa obowiązki podmiotów i właściwość organów w zakresie wykonywania obowiązków i zadań administracyjnych wynikających z rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.⁴⁾), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”.

¹⁾ Niniejsza ustawa została notyfikowana Komisji Europejskiej w dniu 30 kwietnia 2018 r., pod numerem 2018/0186/PL, zgodnie z § 4 rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597), które wdraża dyrektywę (UE) 2015/1535 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 9 września 2015 r. ustanawiającą procedurę udzielania informacji w dziedzinie przepisów technicznych oraz zasad dotyczących usług społeczeństwa informacyjnego (ujednolicenie) (Dz. Urz. UE L 241 z 17.09.2015, str. 1).

²⁾ Niniejsza ustawa służy stosowaniu rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, Dz. Urz. UE L 114 z 25.04.2013, str. 1, Dz. Urz. UE L 139 z 25.05.2013, str. 8, Dz. Urz. UE L 190 z 11.07.2013, str. 38, Dz. Urz. UE L 315 z 26.11.2013, str. 34, Dz. Urz. UE L 107 z 10.04.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 238 z 09.08.2014, str. 3, Dz. Urz. UE L 254 z 28.08.2014, str. 39, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 1, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 193 z 21.07.2015, str. 115, Dz. Urz. UE L 199 z 29.07.2015, str. 22, Dz. Urz. UE L 60 z 05.03.2016, str. 59, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 7, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 1, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 189 z 14.07.2016, str. 40, Dz. Urz. UE L 198 z 23.07.2016, str. 10, Dz. Urz. UE L 17 z 21.01.2017, str. 52, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 12, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 37, Dz. Urz. UE L 117 z 05.05.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 174 z 07.07.2017, str. 16, Dz. Urz. UE L 202 z 03.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 203 z 04.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 319 z 05.12.2017, str. 2 oraz Dz. Urz. UE L 326 z 09.12.2017, str. 55).

³⁾ Niniejszą ustawą:

1) zmienia się następujące ustawy: ustawę z dnia 14 marca 1985 r. o Państwowej Inspekcji Sanitarnej, ustawę z dnia 9 listopada 1995 r. o ochronie zdrowia przed następstwami używania tytoniu i wyrobów tytoniowych, ustawę z dnia 4 września 1997 r. o działach administracji rządowej, ustawę z dnia 10 września 1999 r. – Kodeks karny skarbowy, ustawę z dnia 29 listopada 2000 r. – Prawo atomowe, ustawę z dnia 15 grudnia 2000 r. o Inspekcji Handlowej, ustawę z dnia 22 czerwca 2001 r. o mikroorganizmach i organizmach genetycznie zmodyfikowanych, ustawę z dnia 6 września 2001 r. – Prawo farmaceutyczne, ustawę z dnia 19 marca 2004 r. – Prawo celne, ustawę z dnia 25 sierpnia 2006 r. o bezpieczeństwie żywności i żywienia, ustawę z dnia 6 grudnia 2008 r. o podatku akcyzowym oraz ustawę z dnia 25 lutego 2011 r. o substancjach chemicznych i ich mieszaninach;

2) uchyla się ustawę z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach.

⁴⁾ Zmiany niniejszego rozporządzenia zostały ogłoszone w Dz. Urz. UE L 114 z 25.04.2013, str. 1, Dz. Urz. UE L 139 z 25.05.2013, str. 8, Dz. Urz. UE L 190 z 11.07.2013, str. 38, Dz. Urz. UE L 315 z 26.11.2013, str. 34, Dz. Urz. UE L 107 z 10.04.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 238 z 09.08.2014, str. 3, Dz. Urz. UE L 254 z 28.08.2014, str. 39, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 1, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 5, Dz. Urz.

Art. 2. Ilekróć w ustawie jest mowa o:

- 1) ciężkim działaniu niepożądanym – rozumie się przez to działanie niepożądane spowodowane stosowaniem produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. p rozporządzenia nr 1223/2009;
- 2) dobrej praktyce produkcji – rozumie się przez to dobrą praktykę produkcji, o której mowa w art. 8 rozporządzenia nr 1223/2009;
- 3) dystrybutorze – rozumie się przez to dystrybutora, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. e rozporządzenia nr 1223/2009;
- 4) działaniu niepożądanym – rozumie się przez to działanie niepożądane spowodowane stosowaniem produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. o rozporządzenia nr 1223/2009;
- 5) konfekcjonowaniu – rozumie się przez to wszystkie działania łącznie z napełnianiem i etykietowaniem, które masa produktu musi przejść w celu przekształcenia się w produkt gotowy;
- 6) masie produktu – rozumie się przez to produkt kosmetyczny, który przeszedł przez fazy wytwarzania do etapu końcowego konfekcjonowania, jednak z wyłączeniem tego etapu;
- 7) osobie odpowiedzialnej – rozumie się przez to osobę odpowiedzialną, o której mowa w art. 4 rozporządzenia nr 1223/2009;
- 8) produkcie gotowym – rozumie się przez to produkt kosmetyczny, który przeszedł wszystkie etapy produkcji łącznie z konfekcjonowaniem w celu wysyłki;
- 9) produkcie kosmetycznym – rozumie się przez to produkt kosmetyczny, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. a rozporządzenia nr 1223/2009;
- 10) udostępnianiu na rynku – rozumie się przez to udostępnianie produktu kosmetycznego na rynku, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. g rozporządzenia nr 1223/2009;
- 11) użytkownikowi końcowym – rozumie się przez to użytkownika końcowego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. f rozporządzenia nr 1223/2009;
- 12) wprowadzaniu do obrotu – rozumie się przez to wprowadzenie do obrotu produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. h rozporządzenia nr 1223/2009;

UE L 193 z 21.07.2015, str. 115, Dz. Urz. UE L 199 z 29.07.2015, str. 22, Dz. Urz. UE L 60 z 05.03.2016, str. 59, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 7, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 1, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 189 z 14.07.2016, str. 40, Dz. Urz. UE L 198 z 23.07.2016, str. 10, Dz. Urz. UE L 17 z 21.01.2017, str. 52, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 12, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 37, Dz. Urz. UE L 117 z 05.05.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 174 z 07.07.2017, str. 16, Dz. Urz. UE L 202 z 03.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 203 z 04.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 319 z 05.12.2017, str. 2 oraz Dz. Urz. UE L 326 z 09.12.2017, str. 55.

- 13) wytwarzaniu produktu kosmetycznego – rozumie się przez to działania prowadzące do otrzymania produktu gotowego, w tym konfekcjonowanie, nawet gdy nie odbywa się ono w tym samym miejscu co wytworzenie masy produktu;
- 14) wytwórcy – rozumie się przez to osobę fizyczną, osobę prawną lub jednostkę organizacyjną nieposiadającą osobowości prawnej, która wytwarza produkt kosmetyczny.

Rozdział 2

Udostępnianie na rynku i wytwarzanie produktów kosmetycznych

Art. 3. 1. Dokumentację produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim lub języku angielskim.

2. Część B raportu bezpieczeństwa produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 10 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim.

Art. 4. 1. Produkty kosmetyczne udostępniane na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej znakuje się w języku polskim zgodnie z wymaganiami, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009.

2. Jeżeli produkt kosmetyczny jest nieopakowany lub pakowany na miejscu sprzedaży na prośbę kupującego lub wstępnie pakowany w celu natychmiastowej sprzedaży, informacje wymienione w art. 19 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009 umieszcza się na pojemniku lub opakowaniu, w którym produkt kosmetyczny jest wystawiony do sprzedaży.

Art. 5. Jeżeli wytwórca nie jest osobą odpowiedzialną, jest obowiązany do wskazania osoby odpowiedzialnej organom, o których mowa w art. 14.

Art. 6. 1. Wytwórca jest obowiązany do złożenia wniosku o wpis zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne do wykazu tych zakładów, zwanego dalej „wykazem zakładów”.

2. Wykaz zakładów prowadzi państwowy powiatowy inspektor sanitarny właściwy ze względu na siedzibę zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne.

3. Wykaz zakładów służy monitorowaniu przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 i nie jest udostępniany w trybie ustawy z dnia 6 września 2001 r. o dostępie do informacji publicznej (Dz. U. z 2016 r. poz. 1764 oraz z 2017 r. poz. 933).

4. Wytwórca składa wniosek o wpis do wykazu zakładów, w postaci papierowej albo elektronicznej, w terminie 30 dni od dnia rozpoczęcia prowadzenia działalności w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne.

5. Wniosek o wpis do wykazu zakładów zawiera:

- 1) imię, nazwisko albo nazwę (firmę) i adres wytwórcy;
- 2) nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne;
- 3) określenie rodzaju i zakresu działalności, która ma być prowadzona w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne.

6. Wytwórcy wydaje się zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów, które zawiera datę wpisu do tego wykazu oraz nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne.

7. W przypadku zmiany danych, o których mowa w ust. 5, wytwórca składa wniosek o dokonanie zmian w wykazie zakładów, w postaci papierowej albo elektronicznej, w terminie 30 dni od dnia zaistnienia zmiany. Wniosek zawiera wskazanie danych, o których mowa w ust. 5, które uległy zmianie.

8. Wykreślenie z wykazu zakładów następuje na podstawie:

- 1) złożonego przez wytwórcę, w postaci papierowej albo elektronicznej, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów, który zawiera dane, o których mowa w ust. 5;
- 2) decyzji właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego, jeżeli wytwórca zaprzestał prowadzenia działalności objętej wpisem i nie złożył wniosku, o którym mowa w pkt 1.

Art. 7. 1. Wykaz zakładów zawiera dane, o których mowa w art. 6 ust. 5, oraz:

- 1) datę wpisu do wykazu zakładów;
- 2) informacje o przeprowadzonych przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego urzędowych kontrolach zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne;
- 3) informacje o zmianie danych, o których mowa w art. 6 ust. 5, lub wykreśleniu zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne z wykazu zakładów.

2. Minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, wzory:

- 1) wniosku o wpis do wykazu zakładów,
- 2) wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów,
- 3) wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów,

4) zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów

– uwzględniając zakres danych zawartych w wykazie zakładów oraz zapewnienie jednolitości wydawanych zaświadczeń.

Rozdział 3

Informowanie o ciężkich działaniach niepożądanych

Art. 8. 1. Tworzy się System Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, zwany dalej „systemem”.

2. W systemie są gromadzone i przetwarzane dane o ciężkich działaniach niepożądanych zgłoszone zgodnie z art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009.

3. Główny Inspektor Sanitarny jest administratorem danych osobowych i administratorem systemu.

4. W celu zapewnienia bezpieczeństwa danych w czasie eksploatacji systemu Główny Inspektor Sanitarny powierza przetwarzanie danych zawartych w systemie ośrodkowi administrującemu określone w przepisach wydanych na podstawie art. 13.

5. Ośrodek administrujący spełnia następujące wymagania:

- 1) posiada co najmniej pięcioletnie doświadczenie w zakresie zagadnień objętych przeprowadzaniem ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych;
- 2) posiada doświadczenie w zakresie dotyczącym toksycznego działania substancji i mieszanin chemicznych;
- 3) posiada doświadczenie w zakresie dotyczącym narażenia na działanie produktu kosmetycznego oraz substancji i mieszanin chemicznych;
- 4) zatrudnia osoby posiadające kwalifikacje dla przeprowadzania ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych.

6. Ośrodek administrujący jest obowiązany do stworzenia warunków organizacyjnych i technicznych zapewniających ochronę przetwarzanych danych przed nieuprawnionym dostępem, nielegalnym ujawnieniem lub pozyskaniem, a także ich modyfikacją, uszkodzeniem, zniszczeniem lub utratą.

7. Główny Inspektor Sanitarny może kontrolować ośrodek administrujący w zakresie realizacji warunków, o których mowa w ust. 6, oraz sposobu realizacji celów powierzenia danych przetwarzanych w systemie.

8. Ośrodek administrujący nie może powierzać innym podmiotom przetwarzania danych zawartych w systemie.

9. Zadania ośrodka administrującego są finansowane z budżetu państwa, z części, której dysponentem jest minister właściwy do spraw zdrowia.

Art. 9. 1. Dane o ciężkich działaniach niepożądanych są zgłaszane do ośrodka administrującego.

2. W przypadku gdy zgłoszenia ciężkiego działania niepożądanego do ośrodka administrującego dokonuje użytkownik końcowy, zgłoszenie to zawiera:

- 1) nazwę produktu kosmetycznego, którego stosowanie podejrzewa się o spowodowanie tego działania niepożądanego, oraz numer partii tego produktu;
- 2) dane osobowe tego użytkownika:
 - a) imię i nazwisko,
 - b) wiek,
 - c) wykonywany zawód, o ile jest związany ze stosowaniem tego produktu kosmetycznego,
 - d) adres zamieszkania lub adres do korespondencji,
 - e) adres poczty elektronicznej, numer telefonu, jeżeli posiada;
- 3) inne dane podane przez użytkownika końcowego w związku ze zgłoszeniem;
- 4) opis ciężkiego działania niepożądanego oraz, jeżeli jest to uzasadnione, inne informacje dotyczące stanu zdrowia.

3. Ośrodek administrujący dokonuje weryfikacji danych, o których mowa w ust. 2, w celu stwierdzenia, czy zgłoszenie spełnia kryteria definicji ciężkiego działania niepożądanego.

4. W przypadku gdy zgłoszenia ciężkiego działania niepożądanego do ośrodka administrującego dokonuje podmiot wykonujący działalność leczniczą lub osoba wykonująca zawód medyczny w tym podmiocie, zgłoszenie to zawiera:

- 1) nazwę produktu kosmetycznego, którego stosowanie podejrzewa się o spowodowanie tego działania niepożądanego, oraz numer partii tego produktu;
- 2) opis ciężkiego działania niepożądanego;
- 3) wiek i wykonywany zawód użytkownika końcowego, o ile jest związany ze stosowaniem tego produktu kosmetycznego – jeżeli zostały podane.

Art. 10. 1. Dane osobowe są przetwarzane przez ośrodek administrujący w celu wykonywania obowiązków wynikających z art. 23 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009.

2. Dane osobowe są przechowywane w ośrodku administrującym w warunkach uniemożliwiających dostęp do nich osób innych niż upoważnione.

3. Dane osobowe są przechowywane w ośrodku administrującym nie dłużej niż rok od zakończenia weryfikacji zgłoszenia działania niepożądanego.

4. Ośrodek administrujący jest obowiązany po zaprzestaniu przetwarzania danych do ich przekazania Głównemu Inspektorowi Sanitarnemu.

5. Ośrodek administrujący oraz osoby upoważnione do przetwarzania danych w systemie są obowiązane do zachowania w tajemnicy informacji związanych z danymi zawartymi w systemie.

Art. 11. 1. W przypadku zgłoszenia działania niepożądanego przez użytkownika końcowego do osoby odpowiedzialnej lub dystrybutora, osoba odpowiedzialna lub dystrybutor przetwarza dane osobowe, o których mowa w art. 9 ust. 2 pkt 2–4, i jest ich administratorem.

2. Dane osobowe są przetwarzane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora w celu zrealizowania obowiązków wynikających z art. 10 ust. 1, art. 11 ust. 2 lit. b, art. 21 oraz art. 23 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009.

3. Dane osobowe są przechowywane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora w warunkach uniemożliwiających dostęp do nich osób innych niż upoważnione.

4. Dane osobowe są przechowywane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora nie dłużej niż rok od zakończenia przez nich weryfikacji zgłoszenia działania niepożądanego.

5. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor są obowiązani do stworzenia warunków organizacyjnych i technicznych zapewniających ochronę przetwarzanych danych przed nieuprawnionym dostępem, nielegalnym ujawnieniem lub pozyskaniem, a także ich modyfikacją, uszkodzeniem, zniszczeniem lub utratą.

6. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor oraz osoby upoważnione w tych podmiotach do przetwarzania danych są obowiązane do zachowania w tajemnicy informacji związanych z tymi danymi.

Art. 12. 1. Ośrodek administrujący informuje Głównego Inspektora Sanitarnego o zgłoszeniu ciężkiego działania niepożądanego. Informacja ta zawiera dane określone w art. 9 ust. 4 oraz w przypadku zgłoszenia ciężkiego działania niepożądanego przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora dane, o których mowa w art. 23 ust. 1 lit. c rozporządzenia nr 1223/2009.

2. Organem właściwym w sprawach, o których mowa w art. 23 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny.

Art. 13. Minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, ośrodki administrujący spośród jednostek naukowych w rozumieniu art. 2 pkt 9 ustawy z dnia 30 kwietnia 2010 r. o zasadach finansowania nauki (Dz. U. z 2018 r. poz. 87), mając na względzie zapewnienie realizacji zadań wynikających z art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009.

Rozdział 4

Nadzór nad produktami kosmetycznymi

Art. 14. Nadzór nad przestrzeganiem przepisów ustawy oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 sprawują w zakresie swoich kompetencji organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej oraz Inspekcji Handlowej.

Art. 15. 1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej.

2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji.

Art. 16. 1. Organami właściwymi w zakresie dostępu do informacji i danych określonych w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej.

2. Organami właściwymi w zakresie dostępu do informacji i danych określonych w art. 11 ust. 2 lit. d rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji.

Art. 17. Organami właściwymi, o których mowa w art. 13 ust. 5 rozporządzenia nr 1223/2009, są:

- 1) Główny Inspektor Sanitarny;
- 2) Prezes Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów;
- 3) państwowy wojewódzki inspektor sanitarny;
- 4) państwowy graniczny inspektor sanitarny.

Art. 18. 1. Dostęp do informacji o produkcie kosmetycznym, o których mowa w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 6 tego rozporządzenia, zapewnia lekarzom i lekarzom denty stom w celu prowadzenia leczenia ośrodek uprawniony do dostępu do tych informacji, zwany dalej „ośrodkiem”.

2. Ośrodek spełnia następujące wymagania:

- 1) udziela konsultacji toksykologicznych osobom wykonującym zawód medyczny;

- 2) analizuje przyczyny zatruć;
- 3) posiada dostęp do baz naukowych dotyczących właściwości toksykologicznych substancji;
- 4) posiada telefoniczne i elektroniczne środki komunikacji alarmowej.

3. Zadanie, o którym mowa w ust. 1, jest finansowane z budżetu państwa, z części, której dysponentem jest minister właściwy do spraw zdrowia.

4. Minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, ośrodek spośród jednostek naukowych w rozumieniu art. 2 pkt 9 ustawy z dnia 30 kwietnia 2010 r. o zasadach finansowania nauki albo innych podmiotów, mając na względzie realizację zadań, o których mowa w art. 13 ust. 6 rozporządzenia nr 1223/2009.

Art. 19. Organem właściwym do wystąpienia do Komisji Europejskiej z wnioskiem o odstępstwo, o którym mowa w art. 18 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny.

Art. 20. 1. Główny Inspektor Sanitarny we współpracy z Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów przygotowuje i przekazuje Komisji Europejskiej oraz państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym raport obejmujący wyniki okresowych przeglądów i ocen działań nadzorczych, o których mowa w art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009.

2. Raport, o którym mowa w ust. 1, Główny Inspektor Sanitarny udostępnia w Biuletynie Informacji Publicznej na stronie podmiotowej Głównego Inspektoratu Sanitarnego.

Art. 21. 1. Organem właściwym, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny.

2. Główny Inspektor Sanitarny może polecić państwowemu wojewódzkiemu, powiatowemu lub granicznemu inspektorowi sanitarnemu przeprowadzenie postępowania wyjaśniającego w zakresie, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, dotyczącym współpracy między właściwymi organami państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym.

Art. 22. W celu realizacji przepisów art. 25 ust. 2 i 4–6 rozporządzenia nr 1223/2009 państwowy powiatowy inspektor sanitarny informuje o podjętych środkach Głównego Inspektora Sanitarnego, który powiadamia Komisję Europejską oraz państwa członkowskie

Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym.

Art. 23. Organem właściwym do wniesienia sprzeciwu wobec normy zharmonizowanej, o którym mowa w art. 36 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny.

Art. 24. 1. Organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej są właściwe do realizacji zadań, o których mowa w art. 25 i art. 26 rozporządzenia nr 1223/2009.

2. Organy Inspekcji Handlowej są właściwe w zakresie swoich kompetencji do realizacji zadań, o których mowa w art. 26 rozporządzenia nr 1223/2009.

Art. 25. 1. Nadzór, o którym mowa w art. 14, obejmuje wykonywanie czynności i stosowanie środków określonych w ustawie i w rozporządzeniu nr 1223/2009, w szczególności kontrolę, pobieranie próbek produktów kosmetycznych oraz przeprowadzanie badań laboratoryjnych.

2. Próbkę produktów kosmetycznych do badań laboratoryjnych są pobierane nieodpłatnie.

3. Minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, metody oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych, biorąc pod uwagę konieczność zapewnienia bezpieczeństwa zdrowia konsumentów oraz wiedzę naukową i techniczną.

Art. 26. Do kontroli działalności gospodarczej przedsiębiorcy stosuje się przepisy rozdziału 5 ustawy z dnia 6 marca 2018 r. – Prawo przedsiębiorców (Dz. U. poz. 646).

Rozdział 5

Kary pieniężne

Art. 27. 1. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez zachowania zasad dobrej praktyki produkcji, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.

2. Tej samej karze podlega osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia, że produkt kosmetyczny jest wytwarzany z zachowaniem zasad dobrej praktyki produkcji.

Art. 28. Kto wbrew obowiązkowi określonemu w art. 5 nie wskazał osoby odpowiedzialnej, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.

Art. 29. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów dotyczących oceny bezpieczeństwa, o której mowa w art. 10 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.

Art. 30. Kto nie wykonuje obowiązków określonych w art. 5 ust. 2 i 3 oraz art. 6 ust. 3–5 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.

Art. 31. Kto nie spełnienia wymogu dotyczącego okresu przechowywania dokumentacji produktu, o którym mowa w art. 11 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł.

Art. 32. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów dotyczących dokumentacji produktu, o których mowa w art. 11 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.

Art. 33. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez pobierania próbek i wykonywania analiz w rzetelny i odtwarzalny sposób, o których mowa w art. 12 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.

Art. 34. 1. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 i art. 16 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 35 000 zł.

2. Tej samej karze podlega dystrybutor, który udostępnia produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 ust. 3 i 4 rozporządzenia nr 1223/2009.

Art. 35. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny z naruszeniem ograniczeń dotyczących substancji, o których mowa w art. 14, art. 15 i art. 17 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.

Art. 36. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny z naruszeniem zakazów w zakresie testów na zwierzętach, o których mowa w art. 18 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł.

Art. 37. Kto wbrew zakazom wynikającym z art. 18 rozporządzenia nr 1223/2009 przeprowadza testy na zwierzętach, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.

Art. 38. 1. Kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 70 000 zł.

2. Tej samej karze podlega, kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów określonych w art. 4.

Art. 39. Kto udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów związanych z oświadczeniami o produkcie, o których mowa w art. 20 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł.

Art. 40. Osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia publicznego dostępu do informacji, o którym mowa w art. 21 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.

Art. 41. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor, którzy nie dopełniają obowiązku informowania o ciężkim działaniu niepożądanym, o którym mowa w art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegają karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.

Art. 42. Osoba odpowiedzialna, która nie przedstawi informacji żądanych na podstawie art. 24 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł.

Art. 43. Kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny po upływie daty minimalnej trwałości, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.

Art. 44. Osoba odpowiedzialna, która nie dopełnia obowiązków, o których mowa w art. 25 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł.

Art. 45. 1. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez złożenia wniosku, o którym mowa w art. 6 ust. 1, albo po bezskutecznym upływie terminu określonego w art. 6 ust. 4, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.

2. Tej samej karze podlega, kto narusza obowiązek, o którym mowa w art. 6 ust. 7.

Art. 46. Kto nie dopełnia obowiązku wynikającego z konieczności zapewnienia identyfikacji w łańcuchu dostaw, o którym mowa w art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.

Art. 47. Osoba odpowiedzialna, która nie dopełnia obowiązku określonego w art. 3, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.

Art. 48. 1. Kary pieniężne, o których mowa w art. 27–47, nakłada, w drodze decyzji, właściwy państwowy powiatowy inspektor sanitarny.

2. Kary pieniężne, o których mowa w art. 30, art. 38, art. 39, art. 43 i art. 46, nakłada, w drodze decyzji, wojewódzki inspektor Inspekcji Handlowej.

3. Wpływy z kar pieniężnych określonych w art. 27–47 stanowią dochód budżetu państwa.

Rozdział 6

Zmiany w przepisach obowiązujących

Art. 49. W ustawie z dnia 14 marca 1985 r. o Państwowej Inspekcji Sanitarnej (Dz. U. z 2017 r. poz. 1261 i 2111 oraz z 2018 r. poz. 138 i 650) wprowadza się następujące zmiany:

- 1) w art. 1 w pkt 6 wyrazy „przedmiotów użytku” zastępuje się wyrazami „produktów kosmetycznych”;
- 2) w art. 4 w ust. 1:
 - a) pkt 4 otrzymuje brzmienie:

„4) warunków zdrowotnych produkcji i obrotu materiałami i wyrobami przeznaczonymi do kontaktu z żywnością, produktami kosmetycznymi oraz innymi wyrobami mogącymi mieć wpływ na zdrowie ludzi;”;
 - b) po pkt 4 dodaje się pkt 4a w brzmieniu:

„4a) nadzoru nad przestrzeganiem przepisów ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) oraz przepisów rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.⁵⁾) w zakresie przestrzegania obowiązku prawidłowego oznakowania, o którym mowa w art. 19 tego rozporządzenia;”;
- 3) w art. 27 ust. 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Jeżeli naruszenie wymagań, o których mowa w ust. 1, spowodowało bezpośrednie zagrożenie życia lub zdrowia ludzi, państwowy inspektor sanitarny nakazuje unieruchomienie zakładu pracy lub jego części (stanowiska pracy, maszyny lub innego urządzenia), zamknięcie obiektu użyteczności publicznej, wyłączenie z eksploatacji środka transportu, wycofanie z obrotu środka spożywczego, materiału i wyrobu przeznaczonego do kontaktu z żywnością, produktu kosmetycznego lub innego wyrobu mogącego mieć wpływ na zdrowie ludzi albo podjęcie lub zaprzestanie innych działań; decyzje w tych sprawach podlegają natychmiastowemu wykonaniu.”;

⁵⁾ Patrz odnośnik nr 4.

4) art. 29 otrzymuje brzmienie:

„Art. 29. W przypadkach wymienionych w art. 27–28 państwowi inspektorzy sanitarni są uprawnieni do zabezpieczenia pomieszczeń, środków transportu, maszyn i innych urządzeń, środków spożywczych, materiałów i wyrobów przeznaczonych do kontaktu z żywnością, produktów kosmetycznych, detergentów, substancji chemicznych, ich mieszanin oraz wyrobów w rozumieniu przepisów ustawy z dnia 25 lutego 2011 r. o substancjach chemicznych i ich mieszaninach, a także innych wyrobów mogących mieć wpływ na zdrowie ludzi. Do postępowania zabezpieczającego stosuje się przepisy ustawy z dnia 17 czerwca 1966 r. o postępowaniu egzekucyjnym w administracji (Dz. U. z 2017 r. poz. 1201, 1475, 1954 i 2491 oraz z 2018 r. poz. 138 i 398), jeżeli przepisy szczególne nie stanowią inaczej.”;

5) w art. 36 w ust. 3 wyraz „kosmetykach” zastępuje się wyrazami „produktach kosmetycznych”.

Art. 50. W ustawie z dnia 9 listopada 1995 r. o ochronie zdrowia przed następstwami używania tytoniu i wyrobów tytoniowych (Dz. U. z 2017 r. poz. 957 i 2439 oraz z 2018 r. poz. 650) w art. 8 w ust. 4 w pkt 4 wyraz „kosmetyk” zastępuje się wyrazami „produkt kosmetyczny”.

Art. 51. W ustawie z dnia 4 września 1997 r. o działach administracji rządowej (Dz. U. z 2018 r. poz. 762 i 810) w art. 33 w ust. 1 w pkt 2 wyraz „kosmetykami” zastępuje się wyrazami „produktami kosmetycznymi”.

Art. 52. W ustawie z dnia 10 września 1999 r. – Kodeks karny skarbowy (Dz. U. z 2017 r. poz. 2226 oraz z 2018 r. poz. 201 i 771) w art. 31 w § 5 wyraz „kosmetyków” zastępuje się wyrazami „produktów kosmetycznych”.

Art. 53. W ustawie z dnia 29 listopada 2000 r. – Prawo atomowe (Dz. U. z 2018 r. poz. 792) w art. 4 w ust. 2 wyraz „kosmetyków” zastępuje się wyrazami „produktów kosmetycznych”.

Art. 54. W ustawie z dnia 15 grudnia 2000 r. o Inspekcji Handlowej (Dz. U. z 2017 r. poz. 1063 i 2056 oraz z 2018 r. poz. 650) w art. 3 w ust. 1 po pkt 2h dodaje się pkt 2i w brzmieniu:

„2i) kontrola przestrzegania przez dystrybutorów przepisów o produktach kosmetycznych;”.

Art. 55. W ustawie z dnia 22 czerwca 2001 r. o mikroorganizmach i organizmach genetycznie zmodyfikowanych (Dz. U. z 2017 r. poz. 2134 oraz z 2018 r. poz. 810) w art. 15s w pkt 4 w lit. h wyraz „kosmetyków” zastępuje się wyrazami „produktów kosmetycznych”.

Art. 56. W ustawie z dnia 6 września 2001 r. – Prawo farmaceutyczne (Dz. U. z 2017 r. poz. 2211 oraz z 2018 r. poz. 650 i 697) wprowadza się następujące zmiany:

- 1) w art. 3a wyraz „kosmetyku” zastępuje się wyrazami „produktu kosmetycznego”;
- 2) w art. 55 w ust. 2 w pkt 1 w lit. d wyraz „kosmetycznym” zastępuje się wyrazami „produktem kosmetycznym”;
- 3) w art. 72 w ust. 5 pkt 3 otrzymuje brzmienie:
„3) produktami kosmetycznymi w rozumieniu art. 2 ust. 1 lit. a rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.⁶⁾), z wyłączeniem produktów kosmetycznych przeznaczonych do perfumowania lub upiększania,”.

Art. 57. W ustawie z dnia 19 marca 2004 r. – Prawo celne (Dz. U. z 2018 r. poz. 167) w art. 31 w ust. 5 wyraz „kosmetyki” zastępuje się wyrazami „produkty kosmetyczne”.

Art. 58. W ustawie z dnia 25 sierpnia 2006 r. o bezpieczeństwie żywności i żywienia (Dz. U. z 2017 r. poz. 149 i 60) w art. 30 w ust. 1 w pkt 2 wyrazy „kosmetyku w rozumieniu przepisów o kosmetykach” zastępuje się wyrazami „produktu kosmetycznego w rozumieniu przepisów o produktach kosmetycznych”.

Art. 59. W ustawie z dnia 6 grudnia 2008 r. o podatku akcyzowym (Dz. U. z 2017 r. poz. 43, 60, 937 i 2216 oraz z 2018 r. poz. 137, 317 i 650) w art. 7c w ust. 2 w pkt 1 wyraz „kosmetykach” zastępuje się wyrazami „produktach kosmetycznych”.

Art. 60. W ustawie z dnia 25 lutego 2011 r. o substancjach chemicznych i ich mieszaninach (Dz. U. z 2018 r. poz. 143) wprowadza się następujące zmiany:

- 1) w art. 1 w ust. 4 w pkt 3 w lit. e wyrazy „kosmetykami w rozumieniu przepisów o kosmetykach” zastępuje się wyrazami „produktami kosmetycznymi w rozumieniu przepisów o produktach kosmetycznych”;
- 2) w art. 22 w ust. 1 w pkt 5 w lit. b wyraz „kosmetyków” zastępuje się wyrazami „produktów kosmetycznych”.

⁶⁾ Patrz odnośnik nr 4.

Rozdział 7

Przepisy przejściowe i końcowe

Art. 61. Osoba odpowiedzialna jest obowiązana do dostosowania dokumentacji produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, do wymagań określonych w art. 3 w terminie 9 miesięcy od dnia wejścia w życie niniejszej ustawy.

Art. 62. Pierwszy raport, o którym mowa w art. 20, Główny Inspektor Sanitarny we współpracy z Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów przygotowuje i przekazuje Komisji Europejskiej oraz państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym oraz udostępni w Biuletynie Informacji Publicznej na stronie podmiotowej Głównego Inspektoratu Sanitarnego w terminie dwóch lat od dnia wejścia w życie ustawy.

Art. 63. Wytwórcy prowadzący w dniu wejścia w życie niniejszej ustawy działalność w zakresie wytwarzania produktów kosmetycznych są obowiązani do złożenia wniosku o wpis zakładu do wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne w terminie 9 miesięcy od dnia wejścia w życie niniejszej ustawy.

Art. 64. Krajowy system informowania o kosmetykach wprowadzonych do obrotu, prowadzony na podstawie art. 8 ustawy uchylanej w art. 66, staje się System Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych.

Art. 65. Dotychczasowe przepisy wykonawcze wydane na podstawie art. 13 ust. 3 ustawy uchylanej w art. 66 zachowują moc do dnia wejścia w życie przepisów wykonawczych wydanych na podstawie art. 25 ust. 3, jednak nie dłużej niż przez 12 miesięcy od dnia wejścia w życie niniejszej ustawy.

Art. 66. Traci moc ustawa z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach (Dz. U. z 2013 r. poz. 475 oraz z 2018 r. poz. 650).

Art. 67. Ustawa wchodzi w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

UZASADNIENIE

Celem proponowanego projektu ustawy o produktach kosmetycznych jest określenie obowiązków podmiotów i właściwości organów w zakresie wykonywania obowiązków i zadań administracyjnych wynikających z rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”, co wiąże się z zapewnieniem właściwego poziomu bezpieczeństwa produktów kosmetycznych mających wpływ na zdrowie konsumentów. Zakres regulacji obejmuje powiązanie i wprowadzenie do prawa polskiego przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 przez wprowadzenie szeregu definicji odwołujących się do tego rozporządzenia.

Biorąc pod uwagę przepisy rozporządzenia nr 1223/2009, doprecyzowano, że dokumentację produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009 sporządza się w języku polskim lub w języku angielskim, natomiast część B raportu bezpieczeństwa produktu kosmetycznego, o której mowa w art. 10 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009 – sporządza się w języku polskim (art. 3 projektu ustawy).

W projekcie ustawy doprecyzowano, że produkty kosmetyczne udostępniane na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej znakuje się w języku polskim zgodnie z wymaganiami, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009 (art. 4 ust. 1 projektu ustawy).

Ponadto, mając na uwadze przepis art. 19 ust. 4 rozporządzenia nr 1223/2009, który stanowi, że „w przypadku produktów kosmetycznych niepakowanych lub pakowanych na miejscu sprzedaży na prośbę kupującego lub wstępnie pakowanych w celu natychmiastowej sprzedaży państwa członkowskie przyjmą szczegółowe zasady zamieszczania informacji, o których mowa w ust. 1”, zaproponowano zachowanie dotychczasowego podejścia, zgodnie z art. 6 ust. 8 ustawy z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach (Dz. U. z 2013 r. poz. 475 oraz z 2018 r. poz. 650), polegającego na tym, że jeżeli produkt kosmetyczny jest nieopakowany lub pakowany na miejscu sprzedaży na prośbę kupującego lub wstępnie pakowany w celu natychmiastowej sprzedaży, informacje wymienione w art. 19 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009 umieszcza się na pojemniku lub opakowaniu, w którym produkt kosmetyczny jest wystawiony do sprzedaży (art. 4 ust. 2 projektu ustawy).

W przypadku gdy wytwórca nie jest osobą odpowiedzialną, jest obowiązany do wskazania organom nadzoru osoby odpowiedzialnej, na rzecz której wytwarza produkt kosmetyczny (art. 5 projektu ustawy). Zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009 zapewnienie, aby produkty kosmetyczne były wytwarzane zgodnie z zasadami dobrej praktyki produkcji, ma zagwarantować osoba odpowiedzialna. Powyższa propozycja ma na celu dostęp organom nadzoru do informacji o osobie odpowiedzialnej w przypadku, gdy nie jest nią wytwórca. W celu zapewnienia realizacji przepisów art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 nakładającego na państwa członkowskie obowiązek monitorowania przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji produktów kosmetycznych w projekcie zaproponowano wprowadzenie wykazu zakładów, w których są wytwarzane produkty kosmetyczne. W tym celu proponuje się nałożenie na wytwórcę produktu kosmetycznego obowiązku złożenia do właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego wniosku o wpis do wykazu zakładów, w terminie 30 dni od dnia rozpoczęcia prowadzenia działalności, w postaci papierowej albo elektronicznej. Wniosek taki powinien zawierać imię, nazwisko albo nazwę (firmę) i adres wytwórcy, nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne oraz określenie rodzaju i zakresu działalności, która ma być prowadzona w tym zakładzie (art. 6 ust. 1–5 projektu ustawy). Wytwórca będzie otrzymywał zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów (art. 6 ust. 6 projektu ustawy).

Ponadto należy dodać, że w przypadku zmiany powyższych danych wytwórca będzie składał w postaci pisemnej albo elektronicznej wniosek o dokonanie zmian w wykazie zakładów, w terminie 30 dni od dnia zaistnienia zmiany (art. 6 ust. 7 projektu ustawy).

Należy zapewnić, aby dane zawarte w wykazie zakładów były aktualne, zatem wykaz będzie podlegał aktualizacji przez zapewnienie wytwórcy możliwości wykreślenia z wykazu zakładów na podstawie jego wniosku. Ponadto właściwy państwowy powiatowy inspektor sanitarny będzie mógł wydać decyzję wykreślającą zakład wytwarzający produkty kosmetyczne, jeżeli wytwórca zaprzestał prowadzenia działalności objętej wpisem i wytwórca nie złożył wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów (art. 6 ust. 8 projektu ustawy). Na podstawie otrzymanych wniosków będzie prowadzony przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego wykaz zakładów.

W związku z powyższym proponuje się, aby wykaz zakładów zawierał dane przekazane przez wytwórcę we wniosku o wpis do rejestru zakładów oraz:

- 1) datę wpisu do wykazu;
- 2) informacje o przeprowadzonych przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego urzędowych kontrolach zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne;
- 3) informacje o zmianie danych lub wykreśleniu zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne z wykazu zakładów (art. 7 ust. 1 projektu ustawy).

Uwzględniając konieczność zachowania transparentności oraz ułatwienia prowadzenia działalności w zakresie wytwarzania produktów kosmetycznych, przewidziano, że minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, wzory: wniosku o wpis do wykazu zakładów, wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów oraz zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów (art. 7 ust. 2 projektu ustawy). Posiadanie przez organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej aktualnych informacji dotyczących lokalizacji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne pozwoli na sprawny nadzór nad warunkami ich wytwarzania, co przekłada się na bezpieczeństwo zdrowia konsumentów. Projektowane przepisy wynikają również z faktu, że siedziba osoby odpowiedzialnej nie zawsze jest miejscem wytwarzania produktu kosmetycznego. Projektowane przepisy umożliwiają również nadzór nad zakładami wytwarzającymi produkty kosmetyczne w przypadku wytwarzania produktu kosmetycznego na zlecenie, w szczególności mając na uwadze zawartą w art. 2 lit. d rozporządzenia nr 1223/2009 definicję producenta, którym jest również osoba fizyczna lub prawna, która zleca wytworzenie produktu. Należy zauważyć, że wytwarzanie produktów kosmetycznych na zlecenie jest występującą praktyką rynkową. Co więcej w art. 11 rozporządzenia nr 1223/2009 w ust. 2 lit. c wskazano jedynie, że w dokumentacji produktu znajduje się opis metod produkcji i oświadczenie o zgodności z dobrą praktyką produkcji. Rozporządzenie nr 1223/2009 nie odnosi się w tym i żadnym innym przepisie do konieczności informowania o miejscu wytwarzania produktu kosmetycznego. Jednocześnie informacje dotyczące zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne będą wykorzystywane jedynie w ramach nadzoru, nie przewiduje się, aby były dostępne publicznie (art. 6 ust. 3 projektu ustawy).

Rozporządzenie nr 1223/2009 w art. 23 nakłada obowiązki związane z informowaniem o ciężkim działaniu niepożądanym. W celu monitorowania i realizacji obowiązków informowania Komisji Europejskiej oraz innych państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu

(EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym o wystąpieniu ww. działania proponuje się utworzenie rozwiązania systemowego przez powołanie Systemu Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych. W systemie gromadzone byłyby dane o ciężkich działaniach niepożądanych spowodowanych stosowaniem produktów kosmetycznych, zgłoszone zgodnie z przepisami art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009. Do organów nadzoru wpływają informacje dotyczące różnorodnych działań niepożądanych spowodowanych stosowaniem produktów kosmetycznych (np. wystąpienie uczulenia, wysypki lub podrażnienia). Jednakże nie każdy zgłoszony przypadek jest ciężkim działaniem niepożądanim w myśl przepisów rozporządzenia nr 1223/2009. Przed poinformowaniem Komisji Europejskiej oraz innych państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym jest konieczna zatem ocena, czy dany przypadek odpowiada definicji ciężkiego działania niepożądanego. Ponadto przyjęcie podejścia systemowego, które pozwalałoby na gromadzenie informacji w jednym ośrodku, może być wykorzystane do obserwowania ewentualnych zależności epidemiologicznych, np. stwierdzenia, czy wśród zgłaszanych produktów kosmetycznych nie pojawiają się częściej pewne ich grupy lub produkty kosmetyczne zawierające jakiś określony składnik.

Przewiduje się, że administratorem systemu będzie Główny Inspektor Sanitarny, a minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, ośrodek administrujący. Przewidziano, że ośrodkiem administrującym może być podmiot, który posiada co najmniej pięcioletnie doświadczenie w zakresie zagadnień objętych przeprowadzaniem ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych, posiada doświadczenie w zakresie dotyczącym toksycznego działania substancji i mieszanin chemicznych, doświadczenie w zakresie dotyczącym narażenia na działanie produktu kosmetycznego oraz substancji i mieszanin chemicznych oraz zatrudnia osoby posiadające kwalifikacje dla przeprowadzania ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych (art. 8 projektu ustawy).

Zgodnie z art. 9 ust. 1–3 projektu ustawy dane dotyczące ciężkich działań niepożądanych będą zgłaszane do ośrodka administrującego.

W przypadku gdy – zgodnie z art. 23 ust. 4 rozporządzenia nr 1223/2009 – zgłoszenie wpłynie od użytkownika końcowego, przewidziano zakres przekazywanych danych.

Ponadto ośrodek administrujący będzie dokonywał weryfikacji otrzymanych informacji w celu stwierdzenia, czy zgłoszenie spełnia kryteria definicji ciężkiego działania niepożądanego.

W art. 9 ust. 4 projektu ustawy określono zakres danych, które mogą przekazywać do ośrodka podmioty wykonujące działalność leczniczą lub osoby wykonujące zawód medyczny w tym podmiocie – zgodnie z art. 23 ust 4 rozporządzenia nr 1223/2009.

W art. 10 projektu ustawy uregulowano również kwestie związane z postępowaniem z danymi osobowymi. Ponadto w art. 11 projektu ustawy określono zasady przetwarzania danych osobowych przekazanych, w związku ze zgłoszeniem działania niepożądanego, przez użytkowników końcowych do osoby odpowiedzialnej lub dystrybutora.

Informacje o zaistnieniu działania niepożądanego może otrzymać ośrodek administrujący, osoba odpowiedzialna lub dystrybutor. Wskazano zakres ewentualnie posiadanych i przetwarzanych danych, określono, kto jest administratorem danych osobowych, nałożono obowiązek przechowywania danych osobowych w warunkach uniemożliwiających dostęp do nich osób innych niż upoważnione. Wskazano również, że dane osobowe są przetwarzane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora wyłącznie w zakresie przewidzianym w rozporządzeniu nr 1223/2009 oraz w ustawie. Ponadto przyjęto, że dane osobowe są przechowywane nie dłużej niż rok od czasu zakończenia weryfikacji zgłoszenia działania niepożądanego, tj. do momentu, gdy nie jest spodziewane uzyskanie dodatkowych informacji, które mogłyby wpłynąć na wynik weryfikacji działania niepożądanego, lub w przypadku braku dodatkowych informacji. Do ochrony danych osobowych bezpośrednio stosowanie będzie miało rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2016/679 z dnia 27 kwietnia 2016 r. w sprawie ochrony osób fizycznych w związku z przetwarzaniem danych osobowych i w sprawie swobodnego przepływu takich danych oraz uchylenia dyrektywy 95/46/WE (ogólne rozporządzenie o ochronie danych) (Dz. Urz. UE L 119 z 04.05.2016, str. 1), zwane dalej „RODO”. Dystrybutorzy i osoby odpowiedzialne będą musiały zadbać, aby powierzanie przetwarzania danych osobowych odbywało się zgodnie z przepisami wynikającymi z RODO. Zgodnie z art. 28 ust. 1 RODO, jeżeli przetwarzanie ma być dokonywane w imieniu administratora, korzysta on wyłącznie z usług takich podmiotów przetwarzających, które zapewniają wystarczające gwarancje wdrożenia odpowiednich środków technicznych i organizacyjnych, by przetwarzanie spełniało wymogi niniejszego rozporządzenia i chroniło prawa osób, których dane dotyczą. Zaznaczyć także należy, że

w momencie rozpoczęcia bezpośredniego stosowania RODO (tj. od dnia 25 maja 2018 r.) każdy administrator danych będzie miał swobodę w doborze środków i wdrożeniu środków technicznych i organizacyjnych dla zapewnienia prawidłowej ochrony przetwarzanych przez nich danych osobowych.

Ośrodek administrujący będzie informował Głównego Inspektora Sanitarnego o zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego, który zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009, będzie informował właściwe organy państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym oraz osobę odpowiedzialną. Proponowane przepisy mają na celu doprecyzowanie zasad zarządzania informacjami o ciężkich działaniach niepożądanych, określenie danych, które mogą być przekazywane oraz przetwarzane z uwzględnieniem również ochrony danych osobowych (art. 12 ust. 1 projektu ustawy).

Aby zapewnić możliwość praktycznego egzekwowania przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 oraz projektowanej ustawy, jest konieczne wyznaczenie organów nadzoru oraz wyznaczenie urzędu właściwego w odniesieniu do wskazanych w rozporządzeniu obowiązków i uprawnień państw członkowskich Unii Europejskiej. Organem właściwym w sprawach, o których mowa w art. 23 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, będzie Główny Inspektor Sanitarny (art. 12 ust. 2 projektu ustawy).

Proponuje się, aby nadzór nad przestrzeganiem przepisów projektowanej ustawy o produktach kosmetycznych oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 sprawowały – w zakresie swoich kompetencji – Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa (art. 14 projektu ustawy). Propozycja ta stanowi zachowanie dotychczasowego podejścia zgodnego z aktualnie obowiązującą ustawą z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach.

Określono także, że organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej, a organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji (art. 15 projektu ustawy).

W art. 49 projektu ustawy (ustawa z dnia 14 marca 1985 r. o Państwowej Inspekcji Sanitarnej (Dz. U. z 2017 r. poz. 1261, z późn. zm.)) oraz art. 54 projektu ustawy (ustawa z dnia 15 grudnia 2000 r. o Inspekcji Handlowej (Dz. U. z 2017 r. poz. 1063, z późn. zm.)) doprecyzowano również, iż nadzór nad przepisami dotyczącymi znakowania

produktów kosmetycznych sprawują Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa. Powyższa propozycja wynika z faktu kwestionowania uprawnień Państwowej Inspekcji Sanitarnej do kontrolowania znakowania produktów kosmetycznych. Prawidłowość znakowania produktu kosmetycznego oraz informacje przekazywane konsumentowi są również jednym z elementów jego bezpieczeństwa, nad którym nadzór sprawuje Państwowa Inspekcja Sanitarna. Jednocześnie należy podkreślić, że powierzenie powyższych obszarów nadzoru obydwu wskazanym powyżej Inspekcjom nie będzie prowadziło do kolizji kompetencji, stanowi ono jedynie dookreślenie stanu aktualnego. W dotychczasowej praktyce nie stwierdzono zaistnienia sytuacji konfliktowych w powyższym obszarze. W celu dodatkowego zapewnienia harmonijnej współpracy Inspekcji jest planowane zawarcie stosownego porozumienia między Głównym Inspektorem Sanitarnym a Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów.

W projekcie wskazano, że organami właściwymi w zakresie dostępu do informacji i danych określonych w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej, a w zakresie dostępu do informacji i danych określonych w art. 11 ust. 2 lit. d rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji (art. 16 projektu ustawy).

Przepis art. 13 rozporządzenia nr 1223/2009 daje państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym dostęp do bazy notyfikacji produktów kosmetycznych (tzw. baza CPNP), prowadzonej przez Komisję Europejską. Przyjęto, że organami właściwymi w zakresie art. 13 ust. 5 rozporządzenia nr 1223/2009 będą: Główny Inspektor Sanitarny, Prezes Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów, państwowy wojewódzki inspektor sanitarny oraz państwowy graniczny inspektor sanitarny (art. 17 projektu ustawy).

Rozporządzenie nr 1223/2009 daje również dostęp do receptur ramowych produktów kosmetycznych. Dostęp ten jest jednakże ograniczony do ośrodków zatruc lub podobnych jednostek wyznaczonych przez państwa członkowskie Unii Europejskiej. W związku z powyższym zaproponowano, aby minister właściwy do spraw zdrowia określił, w drodze rozporządzenia, ośrodek uprawniony do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009, mając na względzie konieczność zapewnienia właściwego leczenia, o którym mowa w art. 13 ust. 6 rozporządzenia nr 1223/2009.

Zadaniem ośrodka będzie zapewnienie lekarzom i lekarzom dentystom dostępu do informacji o produkcie kosmetycznym udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 6 rozporządzenia nr 1223/2009, niezbędnych w razie konieczności podjęcia właściwego leczenia. Zaproponowano, aby ośrodek spełniał następujące wymagania: udzielał konsultacji toksykologicznych osobom wykonującym zawód medyczny, analizował przyczyny zatruc, posiadał dostęp do baz naukowych dotyczących właściwości toksykologicznych substancji oraz posiadał telefoniczne i elektroniczne środki komunikacji alarmowej (art. 18 projektu ustawy). Przyjęte rozwiązanie ma na celu równoczesne zapewnienie dostępu do informacji o składzie produktu, z jednoczesnym zachowaniem poufności danych przekazanych przez osoby odpowiedzialne.

Rozporządzenie nr 1223/2009 przewiduje możliwość wystąpienia do Komisji Europejskiej z wnioskiem o udzielenie odstępstwa w zakresie zakazu testów na zwierzętach, w związku z powyższym w projekcie zaproponowano, że z ww. wnioskiem będzie występował Główny Inspektor Sanitarny (art. 19 projektu ustawy).

Zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym są zobowiązane do okresowego dokonywania przeglądów i ocen przebiegu swoich działań nadzorczych – co najmniej raz na cztery lata. O wynikach przeprowadzonych przeglądów i ocen państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym informują Komisję Europejską oraz pozostałe państwa. W związku z powyższym zaproponowano w projekcie, aby Główny Inspektor Sanitarny we współpracy z Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów przygotowywał i przekazywał Komisji Europejskiej oraz państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym raport obejmujący wyniki okresowych przeglądów i ocen działań nadzorczych. Pierwszy taki raport zostanie sporządzony i przekazany w terminie dwóch lat od dnia wejścia w życie ustawy. Ponadto, mając na uwadze art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009, raport zostanie udostępniony na stronie Głównego Inspektoratu Sanitarnego (art. 20 i art. 62 projektu ustawy). Ponadto sposób przygotowania ww. raportu, np. zakres informacji, może zostać objęty porozumieniem między Głównym Inspektorem Sanitarnym a Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji

i Konsumentów. W kontekście informowania o wynikach nadzoru można również zauważyć, że corocznie na stronie internetowej Głównego Inspektoratu Sanitarnego jest publikowany dokument pn. „Stan sanitarny kraju”, w którym można również znaleźć informacje dotyczące produktów kosmetycznych.

Przepisy rozporządzenia nr 1223/2009 przewidują również szereg obowiązków i uprawnień dla państw członkowskich Unii Europejskiej związanych ze współpracą lub udzielaniem informacji na szczeblu międzypaństwowym. W związku z powyższym projektowana ustawa wskazuje Głównego Inspektora Sanitarnego jako organ właściwy do realizacji szeregu zadań określonych w rozporządzeniu nr 1223/2009: art. 24 (zwrócenie się do osoby odpowiedzialnej, mającej siedzibę na terenie innego państwa członkowskiego Unii Europejskiej, z wnioskiem o informacje odnośnie do substancji), art. 27 (klauzula ochronna) i art. 30 (współpraca z innymi państwami członkowskimi Unii Europejskiej w zakresie weryfikacji dokumentacji) (art. 21 projektu ustawy).

W celu zrealizowania obowiązków nałożonych na państwa członkowskie Unii Europejskiej w art. 25 ust. 2 i 4–6 rozporządzenia nr 1223/2009 państwowy powiatowy inspektor sanitarny będzie informował o podjętych środkach Głównego Inspektora Sanitarnego, który będzie powiadamiał Komisję Europejską oraz państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym (art. 22 projektu ustawy).

Art. 36 rozporządzenia nr 1223/2009 daje państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym możliwość wyrażenia sprzeciwu wobec normy zharmonizowanej. W projekcie ustawy zaproponowano, aby organem formalnie wnoszącym taki sprzeciw był Główny Inspektor Sanitarny (art. 23 projektu ustawy).

Organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej będą właściwe do realizacji zadań, o których mowa w art. 25 i art. 26 rozporządzenia nr 1223/2009, a organy Inspekcji Handlowej są właściwe w zakresie swoich kompetencji do realizacji zadań, o których mowa w art. 26 rozporządzenia nr 1223/2009 (art. 24 projektu ustawy).

Nadzór nad produktami kosmetycznymi będzie obejmował wykonywanie czynności i stosowanie środków określonych w przepisach ustawy oraz rozporządzenia nr 1223/2009, w szczególności kontrolę, pobieranie próbek oraz przeprowadzanie badań

laboratoryjnych. Proponuje się, aby minister właściwy do spraw zdrowia określił, w drodze rozporządzenia, metody oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych. Wydanie takiego rozporządzenia jest konieczne z uwagi na fakt, że rozporządzenie nr 1223/2009 nie uchyliło dyrektyw dotyczących metod analizy składu produktów kosmetycznych, które są wdrożone obecnie do prawa polskiego rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie określenia procedur pobierania próbek kosmetyków oraz procedur przeprowadzania badań laboratoryjnych (Dz. U. z 2003 r. poz. 107 oraz z 2004 r. poz. 2106) (art. 25 projektu ustawy).

Do kontroli działalności gospodarczej przedsiębiorcy będą miały zastosowanie przepisy rozdziału 5 ustawy z dnia 6 marca 2018 r. – Prawo przedsiębiorców (Dz. U. poz. 646) (art. 26 projektu ustawy).

Zgodnie z art. 37 rozporządzenia nr 1223/2009 państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym ustanowią przepisy dotyczące sankcji, które będą miały zastosowanie w przypadku naruszenia przepisów tego rozporządzenia. Przewidywane sankcje powinny być skuteczne, proporcjonalne i odstrasżające, a zarazem nieodbiegające wysokością od innych podobnych obecnie stosowanych, proponuje się zatem, aby:

- 1) wytwarzanie produktu kosmetycznego bez zachowania zasad dobrej praktyki produkcji, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł (art. 27 projektu ustawy). Tej samej karze podlegałoby nie wskazanie przez wytwórcę osoby odpowiedzialnej, na rzecz której wytwarza produkt kosmetyczny (art. 28 projektu ustawy);
- 2) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów dotyczących oceny bezpieczeństwa, o której mowa w art. 10 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 29 projektu ustawy);
- 3) niewykonywanie obowiązków określonych w art. 5 ust 2 i 3 oraz art. 6 ust. 3–5 rozporządzenia nr 1223/2009 podlegało karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł (art. 30 projektu ustawy);

- 4) niespełnienie wymogów dotyczących okresu przechowywania dokumentacji produktu, o którym mowa w art. 11 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł (art. 31 projektu ustawy);
- 5) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów dotyczących dokumentacji produktu, o których mowa w art. 11 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 32 projektu ustawy);
- 6) wytwarzanie produktu kosmetycznego bez pobierania próbek i wykonywania analiz w rzetelny i odtwarzalny sposób, o których mowa w art. 12 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 33 projektu ustawy);
- 7) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 i art. 16 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 35 000 zł. Tej samej karze podlegać będzie dystrybutor, który udostępnia produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 ust. 3 i 4 rozporządzenia nr 1223/2009 (art. 34 projektu ustawy);
- 8) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego z naruszeniem ograniczeń dotyczących substancji, o których mowa w art. 14, art. 15 i art. 17 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 35 projektu ustawy);
- 9) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego z naruszeniem zakazów w zakresie testów na zwierzętach, o których mowa w art. 18 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł oraz przeprowadzanie testów na zwierzętach podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 36 i art. 37 projektu ustawy);
- 10) wprowadzanie do obrotu lub udostępnianie na rynku produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009 lub określonych w art. 4 projektu ustawy, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 70 000 zł (art. 38 projektu ustawy);
- 11) udostępnianie produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów związanych z oświadczeniami o produkcie, o których mowa w art. 20 rozporządzenia

nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł (art. 39 projektu ustawy).

Ponadto przewidziano, że osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia publicznego dostępu do informacji, o którym mowa w art. 21 rozporządzenia nr 1223/2009, będzie podlegała karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 40 projektu ustawy).

Osoba odpowiedzialna oraz dystrybutor, którzy nie dopełnią obowiązku informowania o ciężkim działaniu niepożądanym, o którym mowa w art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009, będą podlegali karze pieniężnej w wysokości 100 000 zł (art. 41 projektu ustawy).

Osoba odpowiedzialna, która nie przedstawi informacji żądanych na podstawie art. 24 rozporządzenia nr 1223/2009, będzie podlegała karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł (art. 42 projektu ustawy).

Sankcją w postaci kary pieniężnej w wysokości do 50 000 zł zostanie również objęta czynność wprowadzania do obrotu lub udostępniania na rynku produktu kosmetycznego po upływie daty minimalnej trwałości (art. 43 projektu ustawy).

Osoba odpowiedzialna, która nie dopełni obowiązków, o których mowa w art. 25 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł (art. 44 projektu ustawy).

Ponadto proponuje się, aby niedopełnienie obowiązków wynikających z obowiązku rejestracji zakładów podlegało karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł (art. 45 projektu ustawy).

Proponuje się również, aby niedopełnienie obowiązku wynikającego z konieczności zapewnienia identyfikacji w łańcuchu dostaw (art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009) podlegało karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 46 projektu ustawy).

Osoba odpowiedzialna, która nie dopełni obowiązku określonego w art. 3 projektu ustawy, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 47 projektu ustawy).

Kary pieniężne, o których mowa w art. 27–47, będą nakładane w drodze decyzji, przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego, dodatkowo kary pieniężne, o których mowa w art. 30, art. 38, art. 39, art. 43 i art. 46, będą nakładane przez wojewódzkiego inspektora Inspekcji Handlowej. Wpływy z kar pieniężnych stanowią dochód budżetu państwa.

Ustalając wysokość kary pieniężnej, właściwy państwowy powiatowy inspektor sanitarny oraz wojewódzki inspektor Inspekcji Handlowej uwzględnia przepisy art. 189d ustawy z dnia 14 czerwca 1960 r. – Kodeks postępowania administracyjnego (Dz. U. z

2017 r. poz. 1257, z późn. zm.). Zgodnie z tym przepisem, wymierzając administracyjną karę pieniężną, organ administracji publicznej bierze pod uwagę:

- 1) wagę i okoliczności naruszenia prawa, w szczególności potrzebę ochrony życia lub zdrowia, ochrony mienia w znacznych rozmiarach lub ochrony ważnego interesu publicznego lub wyjątkowo ważnego interesu strony oraz czas trwania tego naruszenia;
- 2) częstotliwość niedopełniania w przeszłości obowiązku albo naruszania zakazu tego samego rodzaju co niedopełnienie obowiązku albo naruszenie zakazu, w następstwie którego ma być nałożona kara;
- 3) uprzednie ukaranie za to samo zachowanie za przestępstwo, przestępstwo skarbowe, wykroczenie lub wykroczenie skarbowe;
- 4) stopień przyczynienia się strony, na którą jest nakładana administracyjna kara pieniężna, do powstania naruszenia prawa;
- 5) działania podjęte przez stronę dobrowolnie w celu uniknięcia skutków naruszenia prawa;
- 6) wysokość korzyści, którą strona osiągnęła, lub straty, której uniknęła;
- 7) w przypadku osoby fizycznej – warunki osobiste strony, na którą administracyjna kara pieniężna jest nakładana.

Obecnie obowiązujące w ustawie z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach przepisy karne nie funkcjonują w praktyce tak skutecznie i efektywnie, jak można by tego oczekiwać, dlatego też kary, podlegające reżimowi prawa karnego albo prawa o wykroczeniach proponuje zastąpić się karami pieniężnymi nakładanymi w drodze decyzji administracyjnej.

Powyższe działanie jest podyktowane przede wszystkim koniecznością realizacji w praktyce zasady ochrony zdrowia i życia konsumentów. Zasada ta znajduje swoje oparcie w przepisach art. 68 ust. 1, art. 76 czy art. 31 ust. 3 Konstytucji RP, a także jest dopuszczalna przez prawodawstwo Unii Europejskiej. Zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009 sankcje zapewniające realizację jego przepisów powinny być skuteczne, proporcjonalne i odstraszające. Taką gwarancję w obecnym polskim systemie prawa zapewniają jedynie kary administracyjne.

Ponadto należy podnieść, iż w obecnie obowiązujących przepisach dotyczących kar mamy do czynienia z brakiem proporcjonalności i konsekwencji w zakresie wysokości

kar oraz problemy z dokonaniem wyboru sposobu określenia wysokości kary. Propozycje zawarte w projekcie ustawy usuwają te wady.

Projektowane przepisy wychodzą także naprzeciw ujawnianej przez organy wymierzające kary pieniężne konieczności podwyższenia kar w przypadku, gdy naruszenie dotyczy środków o znacznej wartości.

Jednocześnie projekt ustawy wprowadza pojęcie „produktu kosmetycznego” jako tożsamego ze stosowanym obecnie pojęciem „kosmetyku”. W związku z tym należy zmienić obowiązujące przepisy, w których stosowano pojęcie „kosmetyku” (art. 49–60 projektu ustawy), przez odpowiednie zastąpienie wyrazu „kosmetyk” wyrazem „produkt kosmetyczny”. Zatem proponuje się wprowadzenie zmian w:

- 1) ustawie z dnia 14 marca 1985 r. o Państwowej Inspekcji Sanitarnej w art. 4 ust. 1 pkt 4 i 4a, w art. 27 ust. 2, w art. 29 oraz w art. 36 ust. 3. Jednocześnie proponuje się wprowadzenie dodatkowej zmiany w ww. ustawie z dnia przez usunięcie pojęcia „przedmioty użytku”. Pojęcie „przedmioty użytku” stosowne było w przepisach ustanowionych w 1928 r., nie jest używane w obecnie powstających przepisach prawnych i wprowadza niejasności w odniesieniu do kompetencji Państwowej Inspekcji Sanitarnej. Jednocześnie proponuje się dokonanie korekty ww. przepisu pod względem gramatycznym;
- 2) ustawie z dnia 9 listopada 1995 r. o ochronie zdrowia przed następstwami używania tytoniu i wyrobów tytoniowych (Dz. U. z 2017 r. poz. 957, z późn. zm.);
- 3) ustawie z dnia 4 września 1997 r. o działach administracji rządowej (Dz. U. z 2018 r. poz. 762 i 810);
- 4) ustawie z dnia 10 września 1999 r. – Kodeks karny skarbowy (Dz. U. z 2017 r. poz. 2226, z późn. zm.);
- 5) ustawie z dnia 29 listopada 2000 r. – Prawo atomowe (Dz. U. z 2018 r. poz. 792);
- 6) ustawie z dnia 15 grudnia 2000 r. o Inspekcji Handlowej;
- 7) ustawie z dnia 22 czerwca 2001 r. o mikroorganizmach i organizmach genetycznie zmodyfikowanych (Dz. U. z 2017 r. poz. 2134 oraz z 2018 r. poz. 810);
- 8) ustawie z dnia 6 września 2001 r. – Prawo farmaceutyczne (Dz. U. z 2017 r. poz. 2211, z późn. zm.);
- 9) ustawie z dnia 19 marca 2004 r. – Prawo celne (Dz. U. z 2018 r. poz. 167);
- 10) ustawie z dnia 25 sierpnia 2006 r. o bezpieczeństwie żywności i żywienia (Dz. U. z 2017 r. poz. 149 i 60);

- 11) ustawie z dnia 6 grudnia 2008 r. o podatku akcyzowym (Dz. U. z 2017 r. poz. 43, z późn. zm.);
- 12) ustawie z dnia 25 lutego 2011 r. o substancjach chemicznych i ich mieszaninach (Dz. U. z 2018 r. poz. 143).

W zakresie dostosowania dokumentacji produktu kosmetycznego do wymogu udostępniania jej w celu kontroli w języku polskim lub w języku angielskim, z zastrzeżeniem konieczności przedstawiania części B raportu bezpieczeństwa w języku polskim, wprowadzono dodatkowy 9-miesięczny termin przejściowy w celu umożliwienia osobom odpowiedzialnym dostosowania się do tych wymagań (art. 61 projektu ustawy). Proponowany termin jest zgodny z propozycją Ministra Rozwoju zgłoszoną w ramach rozpatrzenia projektu na posiedzeniu Stałego Komitetu ds. Europejskich i wyraża stanowisko przedsiębiorców.

W projekcie nie wprowadzono dodatkowych przepisów przejściowych regulujących kwestie związane z realizacją przepisów art. 7 ust. 4 oraz art. 8 ustawy z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach. Postępowania w tym zakresie nie były prowadzone w ciągu ostatnich 10 lat. W chwili obecnej nie znajdują się w obiegu prawnym żadne aktualne decyzje wydane w zakresie wyrażenia zgody na nieujawnianie na opakowaniu kosmetyku nazwy składnika, jak również nie są złożone w tym zakresie wnioski i nie jest prowadzone jakiejkolwiek postępowanie.

Krajowy System Informowania o Kosmetykach zaprzestał rejestracji kosmetyków od chwili obowiązywania przepisów rozporządzenia nr 1223/2009. Zgodnie z art. 38 rozporządzenia nr 1223/2009 państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym są zobowiązane do utrzymania informacji, zgromadzonych w dotychczasowych systemach krajowych do dnia 11 lipca 2020 r.

Główny Inspektor Sanitarny we współpracy z Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów, w celu realizacji art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009, przygotowuje pierwszy raport obejmujący wyniki okresowych przeglądów i ocen działań nadzorczych, o którym mowa w art. 20 projektu ustawy, i przekaże go Komisji Europejskiej oraz państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym w terminie dwóch lat od dnia wejścia w życie ustawy (art. 62 projektu ustawy). Zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 „Państwa członkowskie

dokonują okresowych przeglądów i ocen przebiegu swych działań nadzorczych. Takie przeglądy i oceny przeprowadzane są co najmniej raz na cztery lata (...). Proponowany termin pozwoli również na ocenę funkcjonowania nadzoru nad produktami kosmetycznymi po wejściu w życie przepisów projektowanej ustawy. W szczególności uwzględnić należy fakt, że projekt ustawy przewiduje dodatkowe 9-miesięczne terminy przejściowe na ewentualne przetłumaczenie określonej części dokumentacji produktu na język polski oraz rejestrację zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne.

W projekcie przewidziano 9-miesięczny okres przejściowy na dostosowanie się do obowiązków w zakresie rejestracji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne (art. 63 projektu ustawy). Dotychczasowe przepisy regulujące obszar produktów kosmetycznych nie przewidywały konieczności rejestracji zakładów wytwórczych. Przewiduje się, że proponowanym terminie wytwórcy pozyskają wiedzę o nowych przepisach i zrealizują nałożony na nich obowiązek. Informacje o zmianie przepisów zostaną umieszczone na stronie Głównego Inspektoratu Sanitarnego. Jednocześnie 9-miesięczny termin przejściowy pozwoli również organom Państwowej Inspekcji Sanitarnej na sprawniejszy proces rejestracji zakładów.

Z dniem wejścia w życie ustawy krajowy system informowania o kosmetykach wprowadzonych do obrotu, prowadzony na podstawie przepisów dotychczasowych, stanie się Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, o którym mowa w art. 8 ust. 1 projektu ustawy (art. 64 projektu ustawy).

Dotychczasowe przepisy wykonawcze wydane na podstawie art. 13 ust. 3 ustawy z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach zachowują moc do dnia wejścia w życie przepisów wykonawczych wydanych na podstawie art. 25 ust. 3 projektowanej ustawy, jednak nie dłużej niż przez 12 miesięcy od dnia wejścia w życie projektowanej ustawy. Konieczność utrzymania w mocy dotychczasowych przepisów w powyższym zakresie wynika z faktu, iż rozporządzenie nr 1223/2009 nie uchyliło dyrektyw dotyczących metod analizy składu produktów kosmetycznych, które są wdrożone obecnie do prawa polskiego rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie określenia procedur pobierania próbek kosmetyków oraz procedur przeprowadzania badań laboratoryjnych. Jednocześnie nie zaistnieje niezgodność utrzymywanego w mocy rozporządzenia z projektowaną ustawą. Utrzymywane w mocy rozporządzenie odnosi się do metod dotyczących analiz chemicznych produktów kosmetycznych. Wdraża ono

szereg tzw. dyrektyw analitycznych, z których ostatnia ukazała się w 1996 r. Obecnie Komisja Europejska nie pracuje nad projektem żadnej dyrektywy z tego zakresu, zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009 wdrażane będzie w tym zakresie podejście opierające się na normach zharmonizowanych (art. 65 projektu ustawy).

W wyniku wejścia w życie projektowanej ustawy utraci moc ustawa z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach (art. 66 projektu ustawy).

Proponuje się, aby przepisy projektowanej ustawy weszły w życie z dniem 1 czerwca 2018 r. (art. 67 projektu ustawy).

W związku z projektowaną ustawą będzie niezbędne wydanie przez ministra właściwego do spraw zdrowia następujących aktów wykonawczych:

- 1) rozporządzenia w sprawie wzorów: wniosku o wpis zakładu do wykazu zakładów, wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów oraz zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów (art. 7 ust. 2 projektu ustawy);
- 2) rozporządzenia w sprawie ośrodka administrującego Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych (art. 13 projektu ustawy);
- 3) rozporządzenia w sprawie ośrodka uprawnionego do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009 (art. 18 ust. 4 projektu ustawy);
- 4) rozporządzenia w sprawie metod oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych (art. 25 ust. 3 projektu ustawy).

Nie ma możliwości podjęcia alternatywnych w stosunku do projektowanej ustawy środków umożliwiających osiągnięcie zamierzonego celu.

Przewiduje się, że wejście w życie projektowanej ustawy spowoduje ograniczenie obciążeń administracyjnych, ułatwi przedsiębiorcom prowadzenie działalności gospodarczej i skróci czas prowadzenia czynności administracyjnych związanych z działalnością w zakresie produktów kosmetycznych przez określenie klarownych obowiązków przedsiębiorcy wobec organów nadzoru. Nie oczekuje się, aby przyjęcie przedmiotowych przepisów miało wpływ na działalność mikroprzedsiębiorstw oraz małych i średnich przedsiębiorstw. Projekt nie wprowadza dodatkowych wymagań wobec produktów kosmetycznych niż określone w rozporządzeniu nr 1223/2009.

Projekt zawiera przepisy techniczne w rozumieniu rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597), w związku z czym będzie podlegał notyfikacji w zakresie art. 3 projektu ustawy. Zgodnie z tym przepisem dokumentację produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 tego rozporządzenia, sporządza się w języku polskim lub języku angielskim. Ponadto część B raportu bezpieczeństwa produktu, o którym mowa w art. 10 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 tego rozporządzenia, sporządza się w języku polskim.

Poza ww. obowiązkiem notyfikacji, projekt nie wymaga przedstawienia właściwym instytucjom i organom Unii Europejskiej, w tym Europejskiemu Bankowi Centralnemu, w celu uzyskania opinii, dokonania powiadomienia, konsultacji albo uzgodnienia.

Projekt ustawy jest zgodny z prawem Unii Europejskiej, zgodnie z pismem Ministra Spraw Zagranicznych z dnia 2 stycznia 2018 r. znak DPUE.920.263.2017/bc/11.

Nazwa projektu Projekt ustawy o produktach kosmetycznych Ministerstwo wiodące i ministerstwa współpracujące Ministerstwo Zdrowia /Główny Inspektorat Sanitarny Osoba odpowiedzialna za projekt w randze Ministra, Sekretarza Stanu lub Podsekretarza Stanu Pan Marek Posobkiewicz Główny Inspektor Sanitarny Kontakt do opiekuna merytorycznego projektu Izabela Burzyńska Departament Bezpieczeństwa Żywności i Żywnienia, Główny Inspektorat Sanitarny, i.burzynska@gis.gov.pl, tel.22 536 13 74	Data sporządzenia: 16.04.2018 r. Źródło: rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.) Nr w wykazie prac Rady Ministrów: UC51
--	---

OCENA SKUTKÓW REGULACJI

1. Jaki problem jest rozwiązywany?

Projektowana ustawa rozwiązuje problem harmonizacji przepisów dotyczących produktów kosmetycznych, określenia obowiązków podmiotów i właściwości organów w zakresie wykonywania obowiązków i zadań administracyjnych wynikających z rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”. Celem proponowanego projektu ustawy o produktach kosmetycznych jest zapewnienie bezpieczeństwa konsumentów przez zapewnienie skutecznego nadzoru nad produktami kosmetycznymi.

2. Rekomendowane rozwiązanie, w tym planowane narzędzia interwencji, i oczekiwany efekt

Proponuje się przyjęcie aktu prawnego w randze ustawy określającego obowiązki podmiotów działających na rynku produktów kosmetycznych, właściwość organów nadzoru oraz system kar administracyjnych związanych z nieprzestrzeganiem przepisów rozporządzenia nr 1223/2009.

W celu zapewnienia realizacji przepisów art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 nakładającego na państwa członkowskie obowiązek monitorowania przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji produktów kosmetycznych w projekcie ustawy zaproponowano wprowadzenie obowiązku zgłaszania zakładów, w których są wytwarzane produkty kosmetyczne, do wykazu zakładów, który będzie prowadzony przez właściwe terenowo organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej.

Przepis art. 13 rozporządzenia nr 1223/2009 daje państwom członkowskim dostęp do bazy notyfikacji produktów kosmetycznych (tzw. baza CPNP), prowadzonej przez Komisję Europejską. Proponuje się, aby dostęp do bazy CPNP otrzymali: Główny Inspektor Sanitarny, Prezes Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów, państwowy wojewódzki inspektor sanitarny oraz państwowy graniczny inspektor sanitarny. Ponadto zaproponowano, aby minister właściwy do spraw zdrowia ustalił, w drodze rozporządzenia, ośrodek uprawniony do dostępu do receptur ramowych produktów kosmetycznych, mając na względzie konieczność zapewnienia właściwego leczenia. Informacje te będą dostępne dla lekarzy i lekarzy dentyków.

Rozporządzenie nr 1223/2009 w art. 23 nakłada obowiązki związane z informowaniem o ciężkim niepożądanym działaniu. W celu monitorowania i realizacji obowiązków informowania Komisji Europejskiej oraz innych państw członkowskich o wystąpieniu ww. działania zostanie powołany System Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych.

Zgodnie z projektem ustawy nadzór nad przestrzeganiem przepisów projektowanej ustawy o produktach kosmetycznych oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 będą sprawowały – w zakresie swoich kompetencji – Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa.

Z uwagi na fakt, że rozporządzenie nr 1223/2009 nie uchyliło dyrektyw dotyczących metod analizy składu kosmetyków, minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, metody oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych.

Zgodnie z art. 37 rozporządzenia nr 1223/2009 państwa członkowskie powinny ustanowić przepisy dotyczące sankcji za naruszenie przepisów ww. rozporządzenia. Obecnie obowiązujące w ustawie z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach (Dz. U. z 2013 r. poz. 475 oraz z 2018 r. poz. 650) przepisy karne nie funkcjonują w praktyce tak skutecznie i efektywnie, jak można by tego oczekiwać, dlatego też kary, podlegające reżimowi prawa karnego albo prawa o wykroczeniach, zastąpiono administracyjnymi karami pieniężnymi.

Przyjęcie projektowanej ustawy zapewni właściwy nadzór nad produktami kosmetycznymi znajdującymi się w obrocie na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej. W efekcie przyjętego rozwiązania oczekuje się zapewnienia wysokiego poziomu nadzoru nad rynkiem produktów kosmetycznych. Dla tak określonego celu nie jest możliwe określenie konkretnych mierników rezultatu. Należy podkreślić, że celem proponowanej ustawy nie jest zwiększenie liczby kar administracyjnych (mandatów) nakładanych w związku z nieprzestrzeganiem tych przepisów.

3. Jak problem został rozwiązany w innych krajach, w szczególności krajach członkowskich OECD/UE?

Rozporządzenie nr 1223/2009 pozostawia państwom członkowskim swobodę w określaniu właściwych organów, wyznaczenia ośrodków kontroli zatruć oraz ustanowienia przepisów dotyczących sankcji za nieprzestrzeganie jego przepisów.

Biorąc pod uwagę powyższe, nie przeprowadzano analizy rozwiązań przyjętych w innych państwach członkowskich, ponieważ rozwiązania przyjęte przez inne kraje zależą od ich specyfiki, np. organizacji nadzoru nad rynkiem. Organizacja nadzoru nad produktami kosmetycznymi w innych państwach członkowskich nie ma przełożenia na projektowane przepisy, a projektowana ustawa nie zmienia dotychczasowych zakresów kompetencyjnych organów nadzoru. W szczególności należy podkreślić fakt, że zmiana kompetencji organów mogłaby przełożyć się na wzrost wydatków z budżetu państwa.

Zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009 przepisy karne powinny być skuteczne, proporcjonalne i odstraszające. Proponowane wysokości kar odnoszą się do krajowych warunków ekonomicznych.

4. Podmioty, na które oddziałuje projekt

Grupa	Wielkość	Źródło danych	Oddziaływanie
Podmioty działające na rynku produktów kosmetycznych – wytwórcy, producenci, wyznaczone osoby odpowiedzialne, importerzy oraz dystrybutorzy	Należy założyć, że wszystkie podmioty działające na rynku produktów kosmetycznych mogą zostać objęte oddziaływaniem projektu ustawy. W 2014 r. organy nadzoru wykazały, że w ewidencji ujętych jest 3670 obiektów (produkcja, konfekcjonowanie produktów kosmetycznych oraz obrót – hurtownie i sklepy) W bazie CPNP znajduje się ok. 1900 firm z Polski, które zarejestrowały produkty kosmetyczne zgodnie z wymaganiami rozporządzenia nr 1223/2009 – rejestracja ta obejmuje osoby odpowiedzialne oraz dystrybutorów.	MZ-48 za rok 2014. Wyniki wyszukiwania w bazie CPNP.	Oddziaływanie projektu ustawy będzie wiązać się z nałożeniem na jej podstawie sankcji związanych z niewypełnieniem przepisów rozporządzenia nr 1223/2009.
Organy nadzoru	W zakresie kompetencji poszczególnych Inspekcji – pracownicy organów Państwowej Inspekcji Sanitarnej oraz Inspekcji Handlowej	–	Organy będą prowadzić nadzór nad przedsiębiorcami w zakresie spełniania wymagań określonych w rozporządzeniu nr 1223/2009.

5. Informacje na temat zakresu, czasu trwania i podsumowanie wyników konsultacji

Nie były prowadzone pre-konsultacje publiczne projektu ustawy.

Projekt ustawy w ramach konsultacji publicznych został przekazany, z 30-dniowym terminem na zgłaszanie uwag, do następujących podmiotów:

- 1) Sekretariatu Ochrony Zdrowia KK NSZZ „Solidarność”;
- 2) KK NZZ „Solidarność 80”;
- 3) Ogólnopolskiego Porozumienia Związków Zawodowych;
- 4) Forum Związków Zawodowych;
- 5) Polskiego Związku Przemysłu Kosmetycznego;
- 6) Polskiego Towarzystwa Kosmetologów;
- 7) Polskiego Stowarzyszenia Przemysłu Kosmetycznego i Detergentowego;
- 8) Federacji Konsumentów;

- 9) Stowarzyszenia Konsumentów Polskich;
- 10) Polskiego Klubu Ekologicznego;
- 11) Fundacji WWF Polska;
- 12) Polskiej Izby Handlu;
- 13) Konfederacji Lewiatan;
- 14) Pracodawców Rzeczypospolitej Polskiej;
- 15) Związku Rzemiosła Polskiego;
- 16) Polskiej Organizacji Handlu i Dystrybucji;
- 17) Naczelnej Rady Aptekarskiej;
- 18) Naczelnej Rady Lekarskiej;
- 19) Naczelnej Rady Pielęgniarek i Położnych;
- 20) Krajowej Rady Diagnostów Laboratoryjnych;
- 21) Rady Dialogu Społecznego;
- 22) Komisji Wspólnej Rządu i Samorządu Terytorialnego.

Wyniki konsultacji publicznych zostały omówione w raporcie z konsultacji dołączonym do niniejszej Oceny.

Projekt ustawy, wraz z przesłaniem do konsultacji publicznych, został opublikowany w Biuletynie Informacji Publicznej Ministerstwa Zdrowia zgodnie z przepisami ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingsowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. z 2017 r. poz. 248) oraz w Biuletynie Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji zgodnie z uchwałą nr 190 Rady Ministrów z dnia 29 października 2013 r. – Regulamin pracy Rady Ministrów (M.P. z 2016 r. poz. 1006, z późn. zm.).

6. Wpływ na sektor finansów publicznych

(ceny stałe z ... r.)	Skutki w okresie 10 lat od wejścia w życie zmian [mln zł]											
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Łącznie (0–10)
Dochody ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Wydatki ogółem	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
budżet państwa	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Saldo ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Źródła finansowania												
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń	Proponowana zmiana przepisów prawnych w zakresie kosmetyków nie będzie wymagała dodatkowego finansowania z budżetu państwa. Zadania będą realizowane przez: 1) ośrodek administrujący Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, którym może być jednostka naukowa w rozumieniu art. 2 pkt 9 ustawy z dnia 30 kwietnia 2010 r. o zasadach finansowania nauki (Dz. U. z 2018 r. poz. 87); 2) ośrodek uprawniony do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009. Ośrodki te zostaną określone, w drodze rozporządzeń, przez ministra właściwego do spraw zdrowia zgodnie z art. 13 oraz art. 18 projektowanej ustawy. Zadania będą finansowane w ramach budżetu Głównego Inspektoratu Sanitarnego w wysokości 40 000 zł rocznie. Proponowana wysokość finansowania zadań wynikających z projektowanej ustawy jest zgodna z aktualnym finansowaniem związanym z wykonywaniem zadań dotyczących produktów kosmetycznych. Utworzenie Systemu Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych nie będzie się wiązało z dodatkowymi wydatkami obciążającymi budżet państwa.											

	Mając na uwadze powyższe, nie nastąpi zwiększenie wydatków budżetu państwa. Jednocześnie przesunięcie aktualnych środków na ww. zadania nie spowoduje zmniejszania tych wydatków. Proponowane zmiany są neutralne dla budżetu. Ponadto, mając na uwadze zapewnienie sprawności działania, celowym wydaje się pozostawienie tych obszarów w Instytucie Medycyny Pracy w Łodzi, co pozwoli na zachowanie ciągłości w kontekście aktualnie obowiązującego rozporządzenia Ministra Zdrowia z dnia 25 maja 2004 r. w sprawie wzorów formularzy przekazania danych o kosmetyku i przypadkach zachorowań spowodowanych użyciem kosmetyku oraz sposobu gromadzenia ich w krajowym systemie informowania o kosmetykach wprowadzanych do obrotu (Dz. U. poz. 1471). Ww. zadania będą finansowane z budżetu państwa z części, której dysponentem jest minister właściwy do spraw zdrowia, w ramach limitu wydatków określonego w ustawie budżetowej na dany rok, bez konieczności pozyskania dodatkowych środków na ten cel. Utworzenie wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne nie będzie się wiązało z wydatkami obciążającymi budżet państwa. Stanowi sformalizowanie już prowadzonych przez organy nadzoru spisów zakładów. Jednocześnie może wpłynąć korzystnie na planowanie i realizowanie działań nadzorczych. Wszelkie skutki finansowe wynikające z przyjęcia projektowanej ustawy zostaną sfinansowane w kolejnych latach w ramach limitu wydatków określonego w ustawie budżetowej na dany rok, we właściwych częściach budżetowych, bez konieczności pozyskania dodatkowych środków na ten cel. Odnosnie do oddziaływania na organy nadzoru, proponowane rozwiązania nie nakładają na nie nowych obowiązków. Stanowią doprecyzowanie przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 w zakresie nadzoru i wyznaczenia organów kompetentnych w poszczególnych obszarach. Proponowane rozwiązania nie zmieniają również zakresu kompetencji organów nadzoru w stosunku do dotychczasowych przepisów, określonych ustawą z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach. Formalne zapisanie, że organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej mają uprawnienia do kontroli znakowania produktów kosmetycznych, stanowi potwierdzenie stanu faktycznego. Organy Inspekcji oceniają prawidłowość znakowania w zakresie bezpieczeństwa produktu dla konsumentów, powołując się jednakże nie bezpośrednio na upoważnienie do oceny znakowania, ale na kontrolę bezpieczeństwa produktu kosmetycznego. Dochodem budżetu państwa będą wpływy z nakładanych kar pieniężnych, jednakże nie jest możliwe ich oszacowanie, ponieważ obecne przepisy o kosmetykach odnoszą się do naruszeń związanych z ww. przepisami, w części przewidując kary grzywny, ale również kary aresztu, ograniczenia wolności albo pozbawienia wolności. Zgodnie z drukami sprawozdawczymi MZ-48 w 2014 r. w zakresie produktów kosmetycznych organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej nałożyły w związku z nadzorem nad produktami kosmetycznymi 22 mandaty na kwotę 6700 zł, w 2015 r. 21 mandatów na kwotę 5200 zł. W projekcie ustawy przewidziano wyłącznie kary pieniężne nakładane w drodze decyzji administracyjnej. Przede wszystkim kary mają mieć charakter prewencyjny i odstraszający, jednakże w związku z rozszerzeniem katalogu kar oraz wprowadzeniem kar pieniężnych należy spodziewać się zwiększonego wpływu do budżetu z tego tytułu. Nieoszacowanie orientacyjnej wielkości wpływów do budżetu państwa wynika z braku możliwości określenia potencjalnych skutków proponowanych rozwiązań z powodu braku szczegółowych danych. Podanie przykładowej wielkości szacunku mogłoby wzbudzić wątpliwości co do rzetelności przedstawionych danych.
--	---

7. Wpływ na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym funkcjonowanie przedsiębiorców oraz na rodzinę, obywateli i gospodarstwa domowe

		Skutki						
Czas w latach od wejścia w życie zmian		0	1	2	3	5	10	Łącznie (0–10)
W ujęciu pieniężnym (w mln zł, ceny stałe z ... r.)	duże przedsiębiorstwa							
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw							
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe							

W ujęciu niepieniężnym	duże przedsiębiorstwa	
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw	
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe	
Niemierzalne		
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń	Projekt ustawy nie wprowadza zasadniczych zmian zwiększających obowiązki przedsiębiorców. Jedynym nowym elementem jest propozycja wprowadzenia rejestracji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne, która może rodzić koszty dla przedsiębiorców, o ile wnioski zostaną złożone w formie papierowej i przesłane listownie. Koszty te odpowiadać powinny kosztowi przesyłki. Natomiast posiadanie przez organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej wiedzy o wszystkich miejscach wytwarzania produktów kosmetycznych zapewni wyższy poziom ochrony konsumentów.	
8. Zmiana obciążeń regulacyjnych (w tym obowiązków informacyjnych) wynikających z projektu		
☒ nie dotyczy		
Wprowadzane są obciążenia poza bezwzględnie wymaganymi przez UE (szczegóły w odwróconej tabeli zgodności).	☐ tak ☒ nie ☐ nie dotyczy	
☐ zmniejszenie liczby dokumentów ☐ zmniejszenie liczby procedur ☐ skrócenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:	☐ zwiększenie liczby dokumentów ☒ zwiększenie liczby procedur ☐ wydłużenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:	
Wprowadzane obciążenia są przystosowane do ich elektronizacji.	☐ tak ☒ nie ☐ nie dotyczy	
Komentarz: Zgodnie z proponowanymi regulacjami w przypadku podjęcia działalności polegającej na wytwarzaniu produktów kosmetycznych wytwórca będzie zobowiązany do zarejestrowania zakładu we właściwej powiatowej stacji sanitarno-epidemiologicznej. W stosunku do dotychczasowych przepisów rejestracja zakładu będzie stanowiła dodatkową procedurę. Należy podkreślić, że obejmie ona wyłącznie wytwórców.		
9. Wpływ na rynek pracy		
Regulacje zaproponowane w projekcie ustawy nie będą miały bezpośredniego wpływu na rynek pracy.		
10. Wpływ na pozostałe obszary		
☐ środowisko naturalne ☐ sytuacja i rozwój regionalny ☐ inne:	☐ demografia ☐ mienie państwowe	☐ informatyzacja ☒ zdrowie
Omówienie wpływu	Projektowana ustawa zapewni podstawy prawne pozwalające na efektywny nadzór nad produktami kosmetycznymi znajdującymi się w obrocie na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej.	
11. Planowane wykonanie przepisów aktu prawnego		
W związku z projektowaną ustawą będzie niezbędne wydanie przez ministra właściwego do spraw zdrowia następujących aktów wykonawczych:		
1) rozporządzenia Ministra Zdrowia w sprawie wzorów: wniosku o wpis zakładu do wykazu zakładów, wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów oraz zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów; 2) rozporządzenia Ministra Zdrowia określającego ośrodek administrujący Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych; 3) rozporządzenia Ministra Zdrowia określającego ośrodek uprawniony do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009; 4) rozporządzenia Ministra Zdrowia w sprawie metod oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych.		

12. W jaki sposób i kiedy nastąpi ewaluacja efektów projektu oraz jakie mierniki zostaną zastosowane?
Z dniem wejścia w życie projektowanej ustawy zostaną stworzone narzędzia pozwalające na efektywny nadzór nad produktami kosmetycznymi znajdującymi się w obrocie na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej. Po wejściu w życie przepisów projektowanej ustawy zostanie oceniony wzrost liczby zakładów znajdujących się pod nadzorem organów w stosunku do liczby z ostatniego roku poprzedzającego jej wejście w życie. Może ewentualnie zostać oceniona liczba i kwota mandatów nałożonych przez organy nadzoru w związku z nowymi przepisami. Natomiast nie jest możliwe ocenienie „poziomu wzrostu bezpieczeństwa konsumentów” metodami mierzalnymi.
13. Załączniki (istotne dokumenty źródłowe, badania, analizy itp.)
Raport z konsultacji publicznych projektu ustawy o produktach kosmetycznych.

Raport z konsultacji projektu ustawy o produktach kosmetycznych

Projekt ustawy, wraz z przesłaniem do konsultacji publicznych, został opublikowany w Biuletynie Informacji Publicznej Ministerstwa Zdrowia zgodnie z przepisami ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingsowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. z 2017 r. poz. 248) oraz w Biuletynie Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji zgodnie z uchwałą nr 190 Rady Ministrów z dnia 29 października 2013 r. – Regulamin pracy Rady Ministrów (M.P. z 2016 r. poz. 1006, z późn. zm.). Żaden podmiot nie zgłosił zainteresowania pracami nad projektem ustawy w trybie ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingsowej w procesie stanowienia prawa.

W ramach konsultacji publicznych projektu ustawy o produktach kosmetycznych otrzymano uwagi:

- 1) Izby Gospodarczej Farmacja Polska;
- 2) Konfederacji Lewiatan;
- 3) Naczelnej Izby Aptekarskiej;
- 4) Polskiego Stowarzyszenia Przemysłu Kosmetycznego i Detergentowego;
- 5) Polskiego Stowarzyszenia Sprzedaży Bezpośredniej;
- 6) Polskiego Związku Producentów Leków Bez Recepty PASMI;
- 7) Polskiego Związku Przemysłu Kosmetycznego.

Podstawowym problemem zgłoszonym przez stronę społeczną była propozycja przepisu wprowadzającego obowiązek przedstawiania przez przedsiębiorców organom nadzoru dokumentacji produktu kosmetycznego w języku polskim. Przedsiębiorcy wskazywali, że dokumentacja taka jest niejednokrotnie niezwykle obszerna, gdyż może zawierać szczegółowe dane literaturowe dotyczące właściwości toksykologicznych substancji. Należy jednak zauważyć, że z punktu widzenia organów nadzoru podejmujących rozstrzygnięcia administracyjne w trakcie prowadzonych postępowań konieczny jest wgląd w dokumentację w języku umożliwiającym dokładną analizę. W trakcie konferencji uzgodnieniowej przyjęto rozwiązanie kompromisowe i doprecyzowano, że dokumentację produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim lub języku angielskim, a część B raportu bezpieczeństwa produktu, o którym mowa w art. 10 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim.

W otrzymanych uwagach przedsiębiorcy wskazywali również na wątpliwości związane z rejestracją zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne przez właściwego terenowo państwowego powiatowego inspektora sanitarnego. W trakcie konferencji uzgodnieniowej wyjaśniono, że wprowadzenie obowiązku rejestracji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne ma wyłącznie na celu zapewnienie organom Państwowej Inspekcji Sanitarnej informacji pozwalających na właściwą organizację nadzoru nad zakładami. Wyjaśniono, że konieczność rejestracji zakładu nie wiąże się z kosztami dla przedsiębiorców. Zgodnie z uwagami Ministerstwa Cyfryzacji wprowadzono również możliwość przysyłania wniosków w postaci elektronicznej. Ponadto wskazano, że z doświadczenia w kontaktach z przedsiębiorcami wynika, iż w przypadkach eksportu produktów kosmetycznych, państwa trzecie wymagają niejednokrotnie zaświadczeń dotyczących objęcia nadzorem warunków produkcji kosmetyków. Ponieważ zgodnie z projektem wytwórca będzie otrzymywał zaświadczenie o wpisie do rejestru zakładów, może to rozwiązać powyższy problem. Kwestia ta nie była dotychczas regulowana przepisami dot. kosmetyków. Zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 państwa członkowskie UE monitorują przestrzeganie zasad dobrych praktyk wytwarzania. W dokumentacji produktu wymaganej zgodnie z tym rozporządzeniem nie jest formalnie zapisany obowiązek wskazywania miejsca wytwarzania produktu kosmetycznego. Wprowadzono regulację precyzującą, że wykaz zakładów służy monitorowaniu przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji produktów kosmetycznych, zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 i nie jest dostępny publicznie.

Zgłoszone zostały uwagi odnośnie do wysokości proponowanych kar za nieprzestrzeganie przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 oraz projektowanej ustawy. W trakcie konferencji uzgodnieniowej uzgodniono obniżenie niektórych proponowanych kar. Jednocześnie wyjaśniono, że proponowane wysokości kar mają na celu efekt prewencyjny, a przy wydawaniu decyzji dotyczących kar organy nadzoru stosują przepisy Kodeksu postępowania administracyjnego, który określa warunki uwzględniane przy ich nakładaniu.

Uwzględniono uwagi dotyczące art. 2 – zmiany pojęć „paczkowanie” na „konfekcjonowanie” (pkt 5), sformułowania „wprowadzanie do obrotu” na „udostępnianie na rynku” (pkt 10) oraz art. 6 (aktualny art. 4) – zamiany sformułowania „z uwzględnieniem wymagań” na „zgodnie z wymaganiami”.

Szczegółowe zestawienie uwag zgłoszonych przez stronę społeczną przedstawiono w tabeli.

Lp.	Podmiot zgłaszający	Przepis	Uwaga	Stanowisko
1	PZPK	Art. 2 ust. 6	Zmienić „paczkowanie” na „konfekcjonowanie”.	Uwaga uwzględniona
2	PZPK	Art. 2 ust. 10	Zmienić „udostępnianie produktu kosmetycznego” na „wprowadzenie do obrotu”.	Uwaga uwzględniona
3	PZPK	Art. 2 ust. 11	Zmienić „paczkowanie” na „konfekcjonowanie”	Uwaga uwzględniona
4	Konfederacja Lewiatan PSPKiD PZPK PASMI Izba Gospodarcza Farmacja Polska PSSB PZPK	Art. 5	Dot. konieczności tłumaczenia dokumentacji produktu kosmetycznego na język polski Propozycja przesłana 26.04. Elementem dokumentacji udostępnianym w j. polskim ma być część B raportu bezpieczeństwa.	Art. 3. 1. Dokumentację produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim lub języku angielskim. 2. Część B raportu bezpieczeństwa produktu, o którym mowa w art. 10 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim.
5	PSPKiD PASMI PSSB	Art. 6 ust. 1	Dot. tłumaczenia treści etykiet na j. polski Art. 6 ust. 1 „z uwzględnieniem wymagań” zmienić na „zgodnie z wymaganiami”	Uwaga uwzględniona
6	PSPKiD	Art. 8 i 9	Uwaga dot. konieczności wprowadzenia obowiązku wpisu zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne do wykazu zakładów	Wprowadzenie obowiązku rejestracji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne ma na celu zapewnienie organom nadzoru informacji pozwalających na właściwą organizację nadzoru nad zakładami. Zgodnie z rozporządzeniem Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z

			Wgląd do rejestru zakładów	późn. zm.) art. 22 państwa członkowskie UE monitorują przestrzeganie zasad dobrych praktyk produkcji. W dokumentacji produktu wymaganej zgodnie z rozporządzeniem nie jest formalnie zapisany obowiązek wskazywania miejsca wytwarzania produktu kosmetycznego. Uwaga uwzględniona
7	PASMI	Art. 8	Dodanie ust. 5 dot. wydania decyzji o wpisie do rejestru zakładów	Uwaga nieuwzględniona Wpis do rejestru zakładów będzie potwierdzany zgodnie z art. 8. Wytwórcy wydaje się zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów, które zawiera datę wpisu do wykazu oraz nazwę i siedzibę zakładu. Nie przewiduje się formy decyzji administracyjnej.
8	PSPKiD	Art. 10	Uwaga odnośnie powołania nowej jednostki jako ośrodka administrującego systemem.	Uwaga nieuwzględniona Nie jest przewidywane tworzenie nowej jednostki. Konieczne jest jednakże wsparcie organów nadzoru odnośnie weryfikacji zgłaszanych przypadków działań niepożądanych pod kątem spełnienia definicji zawartych w rozporządzeniu – szczególnie w przypadku informacji nie pochodzących od osoby odpowiedzialnej. .
9	PZPK PASMI	Art. 10. ust. 8	Propozycja doprecyzowania : O zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego Główny Inspektor Sanitarny informuje właściwe organy państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym, <u>organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej oraz osobę odpowiedzialną.</u>	Uwaga częściowo uwzględniona Projektowany przepis precyzuje jedynie, że to Główny Inspektor Sanitarny będzie odpowiedzialny w powyższym zakresie za informowanie Komisji oraz innych państw. Ewentualne informowanie innych szczebli nadzoru powinno podlegać ocenie merytorycznej GIS. O zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego Główny Inspektor Sanitarny informuje właściwe organy państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym oraz osobę odpowiedzialną.

10	PZPK	Art. 12 ust. 2	Propozycja uwzględnienia dokonywania oceny ryzyka przez organy PIS przed zgłoszeniem produktu w systemie RAPEX	Uwaga nieuwzględniona Zasady nadzoru merytorycznego nad organami Państwowej Inspekcji Sanitarnej określone są w ustawie z dnia 14 marca o Państwowej Inspekcji Sanitarnej (Dz. U. z 2017 r. poz. 1261, z późn. zm.), zatem nie ma potrzeby dodatkowego wskazywania obowiązku weryfikacji zgłoszeń do systemu RAPEX. Zasady oceny ryzyka przed zgłoszeniem do systemu RAPEX są również określone odrębnymi przepisami. Powyższy przepis ma na celu jedynie wskazanie obowiązków poszczególnych szczebli organów nadzoru.
11	PASMI PZPK	Art. 15	Propozycja zmiany: Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez <u>sporządzenia raportu bezpieczeństwa, o którym mowa w Załączniku I</u> do rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.	Uwaga nieuwzględniona proponowany zapis dot. wyłącznie braku raportu. Nie dotyczyłby sytuacji braków w raporcie.
12	PASMI	Art. 16 ust. 2	Propozycja zmiany: Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów dotyczących dokumentacji produktu, o których mowa w art. 11 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości <i>do 50 000 zł.</i>	Uwaga nieuwzględniona
13	PZPK	Art. 16 ust. 2	Obniżenie maksymalnej wysokości kary lub zróżnicowanie maksymalnej wysokości kary w zależności od rodzaju niezgodności.	Uwaga nieuwzględniona
14	PASMI PZPK	Art. 17	Wykreślenie przepisu.	Uwaga nieuwzględniona Przepis wynika z art. 25. ust. 1 lit d rozporządzenia
15	PASMI PZPK	Art. 18	Propozycja zmiany: Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłaszania, o	Uwaga częściowo uwzględniona Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłaszania, o których mowa w art. 13 i art. 16 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009,

			których mowa w art. 13 i art. 16 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do <u>5 000 zł.</u>	podlega karze pieniężnej w wysokości do 35 000 zł.
16	PASMI	Art. 21	Propozycja zmiany: Art. 21. Kto wprowadza do obrotu i udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów: 1) w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009, lub 2) określonych w art. 6 – podlega karze pieniężnej w wysokości od 100 zł do 50 000 zł.	Uwaga nieuwzględniona
17	PZPK	Art. 21	Obniżenie maksymalnej wysokości kary lub zróżnicowanie maksymalnej wysokości kary w zależności od rodzaju niezgodności	Uwaga nieuwzględniona
18	PASMI	Art. 24	Propozycja zmiany: Art. 24. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor, którzy nie dopełniają obowiązku informowania o ciężkim działaniu niepożądanym, o którym mowa w art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegają karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.	Uwaga częściowo uwzględniona Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor, którzy nie dopełniają obowiązku informowania o ciężkim działaniu niepożądanym, o którym mowa w art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegają karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.
19	PZPK	Art. 24	Obniżenie maksymalnej wysokości kary lub zróżnicowanie maksymalnej wysokości kary w zależności od rodzaju niezgodności lub doprecyzowanie, że maksymalna wysokość kary powinna dotyczyć jedynie przypadków potwierdzonych jako ciężkie działanie niepożądane spowodowane użyciem kosmetyku.	Uwaga częściowo uwzględniona
20	PASMI PZPK	Art. 27	Art. 27. Kto wytwarza produkt kosmetyczny: 1) bez złożenia wniosku, o którym mowa w art. 8 ust. 1, albo po bezskutecznym upływie terminu określonego w art. 38,	Uwaga częściowo uwzględniona Kto wytwarza produkt kosmetyczny: 1) bez złożenia wniosku, o którym mowa w art. 7 ust. 1, albo po bezskutecznym upływie terminu określonego w art.

			2) naruszając obowiązek, o którym mowa w art. 8 ust. 5 – podlega karze pieniężnej w wysokości do 5 000 zł.	37, 2) naruszając obowiązek, o którym mowa w art. 8 ust. 5 – podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. (było 100 000zł)
21	Konfederacja Lewiatan Izba Gospodarcza Farmacja Polska PSPKiD PSSB	Rozdział 4	Kary administracyjne – zbyt wysokie kary	Uwzględniono część propozycji szczegółowych Zgodnie z rozporządzeniem przewidywane sankcje powinny być skuteczne, proporcjonalne i <u>odstraszające</u> .
22	PASMI	Art. 43	Propozycja zmiany: Ustawa wchodzi w życie po upływie 3 miesięcy od dnia ogłoszenia.	Uwaga częściowo uwzględniona Zmieniono termin wejścia w życie na 1 czerwca 2018 r.
23	PZPK	Art. 43	Dodatkowy 6 miesięczny okres przejściowy dla art. 14-28.	Uwaga nieuwzględniona Przepisy karne powinny wejść w życie razem z całością przepisów ustawy.



KANCELARIA PREZESA RADY MINISTRÓW

Wpl. 24 -04- 2018
RM-58451-2018

Kancelaria Prezesa Rady Ministrów 5

Warszawa, 20 kwietnia 2018 r.

Minister
Spraw Zagranicznych

KPRM



DPUE.920.263.2017 / 14 / MM

dot.: RM-10-61-18 z 18.04.2018 r.

Pani
Jolanta Rusiniak
Sekretarz Rady Ministrów

Opinia
o zgodności z prawem Unii Europejskiej projektu ustawy o produktach kosmetycznych,
wyrażona przez ministra właściwego do spraw członkostwa Rzeczypospolitej Polskiej w Unii
Europejskiej

Szanowna Pani Minister,

w związku z przedłożonym projektem ustawy pozwalam sobie wyrazić poniższą opinię.

Projekt ustawy jest zgodny z prawem Unii Europejskiej.

Z poważaniem

z up. Ministra Spraw Zagranicznych
Piotr Wawrzyk
Podsekretarz Stanu

Do wiadomości:
Pan Łukasz Szumowski
Minister Zdrowia

TABELA ZGODNOŚCI

TYTUŁ USTAWY			Ustawa o produktach kosmetycznych		
TYTUŁ WDRAŻANEGO AKTU PRAWNEGO/WDRAŻANYCH AKTÓW PRAWNYCH			Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm. ¹⁾)		
WYJAŚNIENIE TERMINU WEJŚCIA W ŻYCIE PROJEKTU/ÓW			Proponuje się, aby przepisy projektowanej ustawy weszły w życie z dniem 1 czerwca 2018 r. (art. 66 projektu ustawy).		
JEDN. RED.	TREŚĆ PRZEPISU UE	KONIECZNOŚĆ WDROŻENIA T/N	JEDN. RED.	TREŚĆ PRZEPISÓW PROJKETU USTAWY	UZASADNIENIE
Art. 1	Aby zapewnić funkcjonowanie rynku wewnętrznego i wysoki poziom ochrony zdrowia ludzi, niniejsze rozporządzenie ustanawia przepisy, które musi spełniać każdy produkt kosmetyczny udostępniany na rynku.	N			
Art. 2	1. Do celów niniejszego rozporządzenia stosuje się następujące definicje: a) „produkt kosmetyczny” oznacza każdą substancję lub	N		Art. 2. Ilekroć w ustawie jest mowa o: 1) ciężkim działaniu niepożądanym – rozumie się przez to działanie niepożądane spowodowane stosowaniem produktu	Pojęcia stosowane w ustawie – przeniesiono przez odesłanie do rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE)

¹⁾ Zmiany niniejszego rozporządzenia zostały ogłoszone w Dz. Urz. UE L 114 z 25.04.2013, str. 1, Dz. Urz. UE L 139 z 25.05.2013, str. 8, Dz. Urz. UE L 190 z 11.07.2013, str. 38, Dz. Urz. UE L 315 z 26.11.2013, str. 34, Dz. Urz. UE L 107 z 10.04.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 238 z 09.08.2014, str. 3, Dz. Urz. UE L 254 z 28.08.2014, str. 39, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 1, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 193 z 21.07.2015, str. 115, Dz. Urz. UE L 199 z 29.07.2015, str. 22, Dz. Urz. UE L 60 z 05.03.2016, str. 59, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 7, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 1, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 189 z 14.07.2016, str. 40, Dz. Urz. UE L 198 z 23.07.2016, str. 10, Dz. Urz. UE L 17 z 21.01.2017, str. 52, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 12, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 37, Dz. Urz. UE L 117 z 05.05.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 174 z 07.07.2017, str. 16, Dz. Urz. UE L 202 z 03.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 203 z 04.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 319 z 05.12.2017, str. 2 oraz Dz. Urz. UE L 326 z 09.12.2017, str. 55.

TABELA ZGODNOŚCI

	mieszaninę przeznaczoną do kontaktu z zewnętrznymi częściami ciała ludzkiego (naskórkiem, owłosieniem, paznokciami, wargami oraz zewnętrznymi narządami płciowymi) lub z zębami oraz błonami śluzowymi jamy ustnej, którego wyłącznym lub głównym celem jest utrzymywanie ich w czystości, perfumowanie, zmiana ich wyglądu, ochrona, utrzymywanie w dobrej kondycji lub korygowanie zapachu ciała; b) „substancja” oznacza pierwiastek chemiczny i jego związki w stanie, w jakim występują w przyrodzie lub zostają uzyskane za pomocą procesu produkcyjnego, z wszelkimi dodatkami wymaganymi do zachowania ich trwałości oraz wszelkimi zanieczyszczeniami powstałymi w wyniku zastosowanego procesu, wyłączając rozpuszczalniki, które można oddzielić bez wpływu na stabilność lub zmiany jej składu; c) „mieszanina” oznacza mieszaninę lub roztwór składający się z dwóch lub więcej substancji; d) „producent” oznacza każdą osobę fizyczną lub			kosmetycznego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. p rozporządzenia nr 1223/2009; 2) dobrej praktyce produkcji – rozumie się przez to dobrą praktykę produkcji, o której mowa w art. 8 rozporządzenia nr 1223/2009; 3) dystrybutorze – rozumie się przez to dystrybutora, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. e rozporządzenia nr 1223/2009; 4) działaniu niepożądanym – rozumie się przez to działanie niepożądane spowodowane stosowaniem produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. o rozporządzenia nr 1223/2009; 7) osobie odpowiedzialnej – rozumie się przez to osobę odpowiedzialną, o której mowa w art. 4 rozporządzenia nr 1223/2009; 9) produkcie kosmetycznym – rozumie się przez to produkt kosmetyczny, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. a rozporządzenia nr 1223/2009; 10) udostępnianiu na rynku – rozumie się przez to udostępnianie	nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”, (art. 2 projektu ustawy)
--	--	--	--	---	--

TABELA ZGODNOŚCI

	prawną, która wytwarza produkt kosmetyczny lub zleca zaprojektowanie lub wytworzenie produktu i wprowadza ten produkt do obrotu pod własną nazwą lub znakiem towarowym; e) „dystrybutor” oznacza każdą osobę fizyczną lub prawną w łańcuchu dostaw, niebędącą producentem ani importerem, która udostępnia produkt kosmetyczny na rynku Wspólnoty; f) „użytkownik końcowy” oznacza konsumenta albo osobę wykorzystującą dany produkt kosmetyczny w ramach działalności zawodowej; g) „udostępnianie na rynku” oznacza każde odpłatne lub nieodpłatne dostarczanie produktu kosmetycznego na rynek Wspólnoty do celów dystrybucji, konsumpcji lub stosowania, w ramach działalności handlowej; h) „wprowadzenie do obrotu” oznacza udostępnienie produktu kosmetycznego na rynku Wspólnoty po raz pierwszy; i) „importer” oznacza każdą osobę fizyczną lub prawną, która ma siedzibę na terenie Wspólnoty i wprowadza do obrotu we Wspólnocie produkt			produktu kosmetycznego na rynku, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. g rozporządzenia nr 1223/2009; 11) użytkownikowi końcowemu – rozumie się przez to użytkownika końcowego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. f rozporządzenia nr 1223/2009; 12) wprowadzaniu do obrotu – rozumie się przez to wprowadzenie do obrotu produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 2 ust. 1 lit. h rozporządzenia nr 1223/2009;	
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

kosmetyczny z kraju trzeciego; j) „norma zharmonizowana” oznacza normę przyjętą przez jeden z europejskich organów normalizacyjnych wymienionych w załączniku I do dyrektywy 98/34/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 22 czerwca 1998 r. ustanawiającej procedurę udzielania informacji w dziedzinie norm i przepisów technicznych oraz zasad dotyczących usług społeczeństwa informacyjnego, na podstawie wniosku Komisji złożonego zgodnie z art. 6 tej dyrektywy; k) „nanomateriał” oznacza nierozpuszczalny lub biotrwały i celowo wytworzony materiał posiadający co najmniej jeden wymiar zewnętrzny lub strukturę wewnętrzną w skali od 1 do 100 nm; l) „substancje konserwujące” oznacza substancje, przeznaczone wyłącznie lub głównie do hamowania rozwoju drobnoustrojów w produkcie kosmetycznym; m) „barwniki” oznacza substancje przeznaczone wyłącznie lub głównie do				
--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

barwienia produktu kosmetycznego, całego ciała lub niektórych jego części, przez absorpcję lub odbicie światła widzialnego; ponadto za barwniki uważa się prekursory utleniających barwników do włosów; n) „substancje promieniochronne” oznacza substancje przeznaczone wyłącznie lub głównie do ochrony skóry przed niektórymi rodzajami promieniowania ultrafioletowego przez pochłanianie, odbijanie lub rozpraszanie tego promieniowania; o) „działanie niepożądane” oznacza niekorzystny wpływ na zdrowie ludzkie, będący skutkiem normalnego lub dającego się racjonalnie przewidzieć stosowania produktu kosmetycznego; p) „ciężkie działanie niepożądane” oznacza działanie niepożądane, które powoduje tymczasową lub stałą niewydolność czynnościową, niepełnosprawność, konieczność hospitalizacji, wady wrodzone, bezpośrednie zagrożenie życia lub zgon; q) „wycofanie z rynku”				
--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	oznacza każde działanie, którego celem jest zapobieganie udostępnieniu na rynku produktu kosmetycznego w łańcuchu dostaw; r) „wycofanie od użytkowników końcowych” oznacza każdy środek, którego celem jest doprowadzenie do zwrotu produktu kosmetycznego udostępnionego już użytkownikowi końcowemu; s) „receptura ramowa” oznacza recepturę, która zawiera listę kategorii lub funkcji składników oraz ich maksymalne stężenie w produkcie kosmetycznym lub podaje istotne informacje ilościowe i jakościowe, gdy dany produkt kosmetyczny nie jest objęty lub jest jedynie częściowo objęty taką recepturą. Komisja dostarcza wytyczne pozwalające na stworzenie receptury ramowej i regularne dostosowywanie jej do postępu naukowo-technicznego. 2. Na użytek ust. 1 lit. a) substancja lub mieszanina przeznaczona do spożycia, wdychania, wstrzykiwania lub wszczepiania do ciała ludzkiego nie jest uznawana za produkt kosmetyczny. 3. Ze względu na różne definicje				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	nanomateriałów publikowane przez poszczególne organy i stały rozwój naukowo-techniczny w dziedzinie nanotechnologii, Komisja dostosowuje i adaptuje ust. 1 lit. k) do postępu naukowo-technicznego oraz do definicji uzgodnionych następnie na szczeblu międzynarodowym. Środek ten, mający na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3.				
Art. 3	Produkt kosmetyczny udostępniany na rynku powinien być bezpieczny dla zdrowia ludzi w normalnych lub dających się przewidzieć warunkach stosowania, z uwzględnieniem w szczególności: a) prezentacji, w tym zgodności z dyrektywą 87/357/EWG; b) oznakowania; c) instrukcji użycia i usuwania; d) wszelkich innych wskazówek lub informacji pochodzących od osoby odpowiedzialnej w rozumieniu art. 4. Umieszczenie ostrzeżeń nie zwalnia osób zdefiniowanych	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	w art. 2 i 4 z obowiązku przestrzegania innych wymogów ustanowionych w niniejszym rozporządzeniu.				
Art. 4	1. Do obrotu wprowadzane są jedynie produkty kosmetyczne, dla których na terenie Wspólnoty jest wyznaczona „osoba odpowiedzialna”, będąca osobą prawną lub fizyczną. 2. Osoba odpowiedzialna gwarantuje spełnienie odpowiednich obowiązków określonych w niniejszym rozporządzeniu przez każdy wprowadzany do obrotu produkt kosmetyczny. 3. W wypadku produktu kosmetycznego wyprodukowanego we Wspólnocie, który nie podlega eksportowi i importowi do Wspólnoty, osobą odpowiedzialną jest producent mający siedzibę na terenie Wspólnoty. Producent może wyznaczyć na osobę odpowiedzialną inną osobę mającą siedzibę na terenie Wspólnoty, udzielając jej pisemnego upoważnienia, które ta osoba akceptuje w formie pisemnej. 4. Jeżeli producent	N		Art. 37. 1. Kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 70 000 zł.	Dane osoby odpowiedzialnej muszą być wskazane w oznakowaniu produktu

TABELA ZGODNOŚCI

produktu kosmetycznego wyprodukowanego we Wspólnocie i niepodlegającego następnie eksportowi i importowi do Wspólnoty ma siedzibę poza terytorium Wspólnoty, wyznacza on na osobę odpowiedzialną osobę mającą siedzibę na terenie Wspólnoty, udzielając jej pisemnego upoważnienia, które ta osoba akceptuje w formie pisemnej. 5. W wypadku produktu kosmetycznego importowanego, osobą odpowiedzialną za konkretny produkt kosmetyczny wprowadzany przez niego do obrotu jest każdy importer. Importer może wyznaczyć osobę mającą siedzibę na terenie Wspólnoty na osobę odpowiedzialną, udzielając jej pisemnego upoważnienia, które ta osoba akceptuje w formie pisemnej. 6. Dystrybutor jest osobą odpowiedzialną, jeżeli wprowadza produkt kosmetyczny do obrotu pod własną nazwą lub znakiem towarowym lub zmienia produkt już wprowadzony na rynek w sposób mogący mieć wpływ na zgodność z obowiązującymi wymogami. Tłumaczenie informacji				
---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	dotyczących produktu kosmetycznego wprowadzonego już na rynek nie jest uważane za zmianę tego produktu mogącą mieć wpływ na zgodność z odpowiednimi wymogami niniejszego rozporządzenia.				
Art. 5	1. Osoba odpowiedzialna zapewnia zgodność z art. 3, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 ust. 1, 2 i 5, a także z art. 20, 21, 23 i 24. 2. Osoby odpowiedzialne, które uznają lub mają powody sądzić, że produkt kosmetyczny wprowadzony przez nie do obrotu nie jest zgodny z niniejszym rozporządzeniem, niezwłocznie przyjmują środki naprawcze niezbędne do odpowiedniego dostosowania tego produktu lub w razie potrzeby wycofania go z rynku lub wycofania go od użytkowników końcowych. Ponadto jeżeli produkt kosmetyczny stwarza ryzyko dla zdrowia ludzi, niezwłocznie informują o tym właściwe organy krajowe państw członkowskich, w których udostępniły dany produkt oraz państwa członkowskiego, w którym dokumentacja produktu jest	N	Art. 15	1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej. 2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji.	1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej. 2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji. (art. 15 projektu ustawy).

TABELA ZGODNOŚCI

	dostępna, podając szczegóły, zwłaszcza dotyczące niezgodności oraz przyjętych środków naprawczych. 3. Osoby odpowiedzialne na wniosek właściwych organów współpracują z nimi w zakresie podejmowania wszelkich działań eliminujących zagrożenia stwarzane przez produkty, które udostępniły na rynku. W szczególności osoby odpowiedzialne – na uzasadniony wniosek właściwego organu krajowego – dostarczają wszelkich informacji i dokumentacji niezbędnej do wykazania zgodności danego produktu z określonymi wymogami w języku łatwo zrozumiałym dla tego organu.				
Art. 6	1. W ramach swojej działalności podczas udostępniania produktu kosmetycznego na rynku dystrybutorzy działają z należytą starannością w odniesieniu do obowiązujących wymogów. 2. Przed udostępnieniem produktu kosmetycznego na rynku dystrybutorzy sprawdzają, czy: — podane są informacje dotyczące oznakowania	N	Art. 15	1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej. 2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji.	1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej. 2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji. (art. 15

TABELA ZGODNOŚCI

	określone w art. 19 ust. 1 lit. a), e) i g) oraz w art. 19 ust. 3 i 4; — spełnione są wymogi językowe określone w art. 19 ust. 5; — nie upłynęła data minimalnej trwałości, o ile ma ona zastosowanie na mocy art. 19 ust. 1. 3. Jeżeli dystrybutorzy uznają lub mają powody sądzić, że: — dany produkt kosmetyczny nie jest zgodny z wymogami przewidzianymi w niniejszym rozporządzeniu, nie udostępniają produktu na rynku, dopóki nie zostanie on dostosowany do obowiązujących wymogów; — produkt kosmetyczny, który udostępnili na rynku, nie jest zgodny z niniejszym rozporządzeniem, zapewniają przyjęcie środków naprawczych niezbędnych do dostosowania tego produktu, wycofania go z rynku lub wycofania od użytkowników końcowych, w razie potrzeby. Ponadto jeżeli produkt kosmetyczny stwarza ryzyko dla zdrowia ludzi, dystrybutorzy niezwłocznie informują o tym osobę odpowiedzialną oraz				projektu ustawy).
--	--	--	--	--	--------------------------

TABELA ZGODNOŚCI

	właściwe organy krajowe państw członkowskich, w których udostępniły dany produkt, podając szczegóły zwłaszcza dotyczące niezgodności oraz przyjętych środków naprawczych. 4. Dystrybutorzy zapewniają, aby w czasie, gdy są odpowiedzialni za produkt, warunki przechowywania lub transportu nie zagrażały jego zgodności z wymogami określonymi w niniejszym rozporządzeniu. 5. Dystrybutorzy współpracują z właściwymi organami na wniosek tych ostatnich w zakresie wszelkich działań mających na celu wyeliminowanie zagrożeń stwarzanych przez produkty udostępnione przez nich na rynku. W szczególności dystrybutorzy – na uzasadniony wniosek właściwego organu krajowego – dostarczają w języku łatwo zrozumiałym dla tego organu wszelkie informacje i dokumentację niezbędne do wykazania zgodności danego produktu z wymogami wymienionymi w ust. 2.				
Art. 7	Na wniosek właściwych organów:	N	Art. 15	1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7 rozporządzenia nr 1223/2009 są	1. Organami właściwymi w zakresie art. 5–7

TABELA ZGODNOŚCI

	— osoby odpowiedzialne wskazują dystrybutorów, którym dostarczają dany produkt kosmetyczny; — dystrybutor wskazuje dystrybutora lub osobę odpowiedzialną, która dostarczyła mu produkt kosmetyczny, oraz dystrybutorów, którym dostarczono dany produkt kosmetyczny. Obowiązek ten utrzymuje się przez okres 3 lat od dnia udostępnienia dystrybutorowi danej partii produktu kosmetycznego.			organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej. 2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji.	rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej. 2. Organami właściwymi w zakresie art. 6 i art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009 są organy Inspekcji Handlowej w zakresie swoich kompetencji. (art. 15 projektu ustawy).
Art. 8	1. Aby zapewnić realizację celów art. 1, produkcja produktów kosmetycznych odbywa się zgodnie z dobrą praktyką produkcji. 2. Proces produkcji uznaje się za zgodny z dobrą praktyką produkcji, jeżeli jest zgodny z odpowiednimi normami zharmonizowanymi, do których odniesienia opublikowano w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej.	N			
Art. 9	Państwa członkowskie nie mogą, powołując się na wymagania podane w niniejszym rozporządzeniu odmówić,	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	zakazać lub ograniczyć udostępniania na rynku produktów kosmetycznych, które spełniają wymagania niniejszego rozporządzenia.				
Art. 10	1. Aby wykazać zgodność danego produktu z art. 3, przed wprowadzeniem produktu kosmetycznego do obrotu osoba odpowiedzialna zapewnia przeprowadzenie oceny bezpieczeństwa produktu na podstawie odpowiednich informacji i sporządzenie raportu bezpieczeństwa produktu kosmetycznego zgodnie z załącznikiem I. Osoba odpowiedzialna zapewnia: a) uwzględnienie w ocenie bezpieczeństwa przeznaczenia produktu kosmetycznego oraz przewidywanego narażenia ogólnoustrojowego na poszczególne składniki w recepturze końcowej; b) stosowanie oceny bezpieczeństwa odpowiedniego podejścia opartego na wadze dowodu przy dokonywaniu przeglądu danych ze wszystkich istniejących źródeł; c) aktualizowanie raportu bezpieczeństwa produktu	N			

TABELA ZGODNOŚCI

kosmetycznego, z uwzględnieniem dodatkowych istotnych informacji uzyskanych po wprowadzeniu produktu do obrotu. Akapit pierwszy stosuje się również do produktów kosmetycznych, które zostały zgłoszone zgodnie z dyrektywą 76/768/EWG. W celu umożliwienia przedsiębiorstwom, zwłaszcza małym i średnim, spełnienie wymogów określonych w załączniku I, Komisja w ścisłej współpracy ze wszystkimi zainteresowanymi stronami przyjmuje odpowiednie wytyczne. Wytyczne te przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną, o której mowa w art. 32 ust. 2. 2. Ocenę bezpieczeństwa produktu kosmetycznego, określoną w załączniku I część B, przeprowadza osoba posiadająca dyplom lub inny dowód formalnych kwalifikacji, przyznany w wyniku ukończenia teoretycznych i praktycznych studiów uniwersyteckich w dziedzinie farmacji, toksykologii, medycyny lub innej zbliżonej dyscypliny lub kursu uznawanego przez dane					
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	państwo członkowskie za równorzędny. 3. Niekliniczne badania z zakresu bezpieczeństwa, o których mowa w ust. 1 w związku z oceną bezpieczeństwa, przeprowadzone w celu oceny bezpieczeństwa produktu kosmetycznego po dniu 30 czerwca 1988 r., są zgodne z prawodawstwem wspólnotowym dotyczącym zasad dobrej praktyki laboratoryjnej, które miało zastosowanie w momencie przeprowadzania badania, lub z innymi normami międzynarodowymi, uznanymi za równorzędne przez Komisję lub ECHA.				
Art. 11	1. Od momentu wprowadzenia produktu kosmetycznego do obrotu osoba odpowiedzialna przechowuje jego dokumentację. Dokumentację produktu przechowuje się przez okres 10 lat od dnia wprowadzenia do obrotu ostatniej partii danego produktu kosmetycznego. 2. Dokumentacja produktu zawiera następujące informacje i dane, uaktualniane w razie potrzeby:	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	a) opis produktu kosmetycznego, umożliwiający łatwe przyporządkowanie dokumentacji produktu do danego produktu kosmetycznego, b) raport bezpieczeństwa produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 10 ust. 1; c) opis metod produkcji i oświadczenie o zgodności z dobrą praktyką produkcji, o której mowa w art. 8; d) jeżeli jest to uzasadnione ze względu na rodzaj produktu kosmetycznego lub efekt jego działania, dowód deklarowanego działania; e) dane dotyczące wszelkich testów na zwierzętach, przeprowadzonych przez producenta, jego przedstawicieli lub dostawców w trakcie opracowania lub oceny bezpieczeństwa produktu kosmetycznego lub jego składników, w tym testów na zwierzętach przeprowadzanych w celu spełnienia wymogów przepisów ustawowych lub wykonawczych obowiązujących w krajach trzecich. 3. Osoba odpowiedzialna udostępnia, pod swoim adresem podanym na etykiecie właściwemu organowi państwa		Art. 14	Nadzór nad przestrzeganiem przepisów ustawy oraz przepisów	W przepisach art. 14 projektu ustawy wskazano
--	---	--	-----------------------	---	--

TABELA ZGODNOŚCI

	członkowskiego, w którym przechowywana jest dokumentacja, dokumentację produktu w formacie elektronicznym lub innym. Informacje zawarte w dokumentacji produktu są udostępniane w języku łatwo zrozumiałym dla właściwych organów danego państwa członkowskiego. 4. Wymogi określone w ust. 1-3 niniejszego artykułu stosuje się również do produktów kosmetycznych, które zostały zgłoszone zgodnie z dyrektywą 76/768/EWG.		Art. 3	rozporządzenia nr 1223/2009 sprawują w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa. Art. 3. 1. Dokumentację produktu, o której mowa w art. 11 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim lub języku angielskim. 2. Część B raportu bezpieczeństwa produktu kosmetycznego, o którym mowa w art. 10 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianą zgodnie z art. 11 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, sporządza się w języku polskim.	organy sprawujące nadzór nad przestrzeganiem przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 i ustawy W art. 3 projektu ustawy wskazano, że dokumentację udostępnia się w języku polskim lub języku angielskim, a raport bezpieczeństwa część B – w języku polskim
Art. 12	1. Pobieranie próbek i wykonywanie analiz produktów kosmetycznych przeprowadza się w rzetelny i odtwarzalny sposób. 2. Wobec braku obowiązującego prawodawstwa wspólnotowego zakłada się wiarygodność i odtwarzalność zastosowanej metody, jeżeli jest ona zgodna z odpowiednimi normami zharmonizowanymi, do których odniesienia opublikowano w Dzienniku Urzędowym Unii	N		Art. 33. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez pobierania próbek i wykonywania analiz w rzetelny i odtwarzalny sposób, o których mowa w art. 12 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.	Wprowadzono sankcje w związku z nieprzestrzeganiem przepisów dot. pobierania próbek i przeprowadzania analiz

TABELA ZGODNOŚCI

	Europejskiej.				
Art. 13	1. Przed wprowadzeniem produktu kosmetycznego do obrotu osoba odpowiedzialna przedkłada Komisji drogą elektroniczną następujące informacje: a) kategorię produktu kosmetycznego i jego nazwę lub nazwy umożliwiające jednoznaczną identyfikację; b) imię i nazwisko (firmę) osoby odpowiedzialnej oraz jej adres, pod którym udostępniana jest dokumentacja produktu; c) kraj pochodzenia w przypadku importu; d) państwo członkowskie, w którym produkt kosmetyczny ma zostać wprowadzony do obrotu; e) dane kontaktowe osoby fizycznej, z którą można się kontaktować, w razie konieczności; f) obecność substancji w formie nanomateriałów i: (i) ich identyfikacja, w tym nazwa chemiczna (wg nomenklatury IUPAC) i inne oznaczenia określone w pkt 2 preambuły do załączników II-VI do niniejszego rozporządzenia; (ii) dające się racjonalnie	N			

TABELA ZGODNOŚCI

przewidzieć warunki narażenia; g) nazwa i numer Chemicals Abstracts Service (CAS) lub WE substancji sklasyfikowanych jako rakotwórcze, mutagenne lub działające szkodliwie na rozrodczość (CMR), należących do kategorii 1A lub 1B zgodnie z częścią 3 załącznika VI do rozporządzenia (WE) nr 1272/2008; h) receptura ramowa umożliwiająca szybkie i odpowiednie leczenie w razie wystąpienia problemów. Akapit pierwszy stosuje się również do produktów kosmetycznych zgłoszonych zgodnie z dyrektywą 76/768/EWG. 2. Gdy produkt kosmetyczny jest wprowadzany do obrotu, osoba odpowiedzialna zgłasza Komisji oryginalne oznakowanie oraz fotografię opakowania tego produktu – o ile jest ona czytelna. 3. Począwszy od 11 lipca 2013, dystrybutor, który udostępniają w państwie członkowskim produkt kosmetyczny wprowadzony już do obrotu w innym państwie członkowskim i tłumaczy, z własnej inicjatywy, w celu zapewnienia zgodności				
---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	z prawem krajowym dowolny fragment oznakowania tego produktu, drogą elektroniczną przedkłada Komisji następujące informacje: a) kategorię produktu kosmetycznego, jego nazwę w państwie członkowskim wysyłki i jego nazwę w państwie członkowskim, w którym jest udostępniany, umożliwiając jednoznaczną jego identyfikację; b) państwo członkowskie, w którym produkt kosmetyczny jest udostępniany; c) imię i nazwisko (firma) i adres dystrybutora; d) imię i nazwisko (firma) osoby odpowiedzialnej oraz jej adres, pod którym udostępniana jest dokumentacja produktu. 4. Jeżeli produkt kosmetyczny został wprowadzony do obrotu przed 11 lipca 2013, ale nie jest już wprowadzany do obrotu od tej daty, a dystrybutor wprowadza ten produkt w państwie członkowskim po tej dacie, dystrybutor ten przekazuje osobie odpowiedzialnej następujące dane: a) kategorię produktu kosmetycznego, jego nazwę w państwie członkowskim wysyłki i jego nazwę w państwie				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	członkowskim, w którym jest udostępniany, umożliwiając jednoznaczną jego identyfikację; b) państwo członkowskie, w którym produkt kosmetyczny jest udostępniany; c) swoje imię i nazwisko (firmę) oraz adres. Na podstawie tego komunikatu osoba odpowiedzialna drogą elektroniczną przedkłada Komisji informacje, o których mowa w ust. 1 niniejszego artykułu, w przypadku gdy w państwie członkowskim, w którym produkt kosmetyczny jest udostępniany nie dokonano zgłoszeń na mocy art. 7 ust. 3 i art. 7a ust. 4 dyrektywy 76/768/EWG. 5. Komisja niezwłocznie udostępnia drogą elektroniczną informacje, o których mowa w ust. 1 lit. a)-g) oraz w ust. 2 i 3, wszystkim właściwym organom. Właściwe organy mogą korzystać z tych informacji wyłącznie do celów nadzorowania rynku, analizy rynku, ocen oraz informowania konsumentów w rozumieniu art. 25, 26 i 27. 6. Komisja niezwłocznie udostępnia drogą elektroniczną informacje, o których mowa w ust. 1, 2 i 3, ośrodkom zatruc		Art. 17 i art. 18	Art. 17. Organami właściwymi, o których mowa w art. 13 ust. 5 rozporządzenia nr 1223/2009, są: 1) Główny Inspektor Sanitarny; 2) Prezes Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów; 3) państwowy wojewódzki inspektor sanitarny; 4) państwowy graniczny inspektor sanitarny.	Przyjęto, że organami właściwymi w zakresie art. 13 ust. 5 rozporządzenia nr 1223/2009 będą: Główny Inspektor Sanitarny, Prezes Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów, państwowy wojewódzki inspektor sanitarny oraz państwowy graniczny inspektor sanitarny (art. 17
--	---	--	---------------------------------	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

	lub podobnym jednostkom, jeżeli takie ośrodki lub jednostki zostały ustanowione przez państwa członkowskie. Jednostki te mogą korzystać z tych informacji wyłącznie do celów leczenia. 7. W wypadku zmiany informacji określonych w ust. 1, 3 i 4 osoba odpowiedzialna lub dystrybutor niezwłocznie je aktualizują. 8. Komisja może, biorąc pod uwagę postęp naukowotechniczny i określone potrzeby związane z nadzorowaniem rynku, zmienić ust. 1-7 poprzez dodanie wymogów. Środki te, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3.			Art. 18. 1. Dostęp do informacji o produkcie kosmetycznym, o których mowa w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 6 tego rozporządzenia, zapewnia lekarzom i lekarzom dentystom w celu prowadzenia leczenia ośrodek uprawniony do dostępu do tych informacji, zwany dalej „ośrodkiem”.	projektu ustawy). Ponadto zaproponowano, aby minister właściwy do spraw zdrowia określił, w drodze rozporządzenia, ośrodek uprawniony do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009, mając na względzie konieczność zapewnienia właściwego leczenia, o której mowa w art. 13 ust. 6 rozporządzenia nr 1223/2009. Zadaniem ośrodka będzie zapewnienie dostępu do informacji o produkcie kosmetycznym udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, niezbędnych w razie konieczności podjęcia właściwego leczenia. Zaproponowano, aby ośrodek spełniał następujące kryteria: udzielał konsultacji toksykologicznych osobom wykonującym zawód medyczny, analizował
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					przyczyny zatruć, posiadał dostęp do baz naukowych dotyczących właściwości toksykologicznych substancji oraz posiadał telefoniczne i elektroniczne środki komunikacji alarmowej (art. 18 projektu ustawy).
Art. 14	1. Bez uszczerbku dla art. 3 produkty kosmetyczne nie mogą zawierać żadnej z następujących substancji: a) substancji niedozwolonych — substancji niedozwolonych wymienionych w załączniku II; b) substancji podlegających ograniczeniom — substancji podlegających ograniczeniom, które nie są stosowane zgodnie z ograniczeniami określonymi w załączniku III; c) barwników (i) barwników innych niż wymienione w załączniku IV i barwników wymienionych w tym załączniku, jeśli są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku, z wyjątkiem produktów do farbowania włosów, o których mowa w ust. 2; (ii) bez uszczerbku dla lit. b),	N			

TABELA ZGODNOŚCI

lit. d) ppkt (i) oraz lit. e) ppkt (i), substancji wymienionych w załączniku IV, które nie są przeznaczone do stosowania jako barwniki i są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku; d) substancji konserwujących (i) substancji konserwujących innych niż wymienione w załączniku V i substancji konserwujących wymienionych w tym załączniku, jeśli są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku; (ii) bez uszczerbku dla lit. b), lit. c) ppkt (i) oraz lit. e) ppkt (i), substancji wymienionych w załączniku V, które nie są przeznaczone do stosowania jako substancje konserwujące i są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku; e) substancji promieniochronnych (i) substancji promieniochronnych innych niż te wymienione w załączniku VI i substancji promieniochronnych wymienionych w tym załączniku, jeśli są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku;				
---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	(ii) bez uszczerbku dla lit. b), lit. c) ppkt (i) oraz lit. d) ppkt (i), substancji wymienionych w załączniku VI, które nie są przeznaczone do stosowania w charakterze substancji promieniochronnych i są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku. 2. Z zastrzeżeniem decyzji Komisji dotyczącej włączenia w zakres załącznika IV produktów do farbowania włosów, produkty te nie mogą zawierać barwników przeznaczonych do barwienia włosów innych niż wymienione w załączniku IV oraz barwników przeznaczonych do barwienia włosów, wymienionych, jeśli są stosowane niezgodnie z warunkami określonymi w tym załączniku. Decyzję Komisji, o której mowa w akapicie pierwszym, mającą na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3.				
Art. 15	1. Stosowanie w produktach	N			

TABELA ZGODNOŚCI

kosmetycznych substancji sklasyfikowanych jako substancje CMR, należących do kategorii 2, w rozumieniu części 3 załącznika VI do rozporządzenia (WE) nr 1272/2008, jest zakazane. Jednak substancja zaliczona do kategorii 2 może być stosowana w produktach kosmetycznych, jeśli zostanie oceniona przez SCCS i uznana za bezpieczną do stosowania w produktach kosmetycznych. W tym celu Komisja przyjmuje niezbędne środki zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3 niniejszego rozporządzenia. 2. Stosowanie w produktach kosmetycznych substancji sklasyfikowanych jako substancje CMR, należących do kategorii 1A lub 1B w rozumieniu części 3 załącznika VI do rozporządzenia (WE) nr 1272/2008, jest zakazane. Substancje te, po ich sklasyfikowaniu jako substancje CMR, należące do kategorii 1A lub 1B w rozumieniu części 3 rozporządzenia (WE) 1272/2008, mogą jednak być w drodze wyjątku stosowane w produktach				
--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

kosmetycznych, jeżeli spełnione zostaną wszystkie poniższe warunki: a) spełniają wymogi bezpieczeństwa żywności w rozumieniu rozporządzenia (WE) nr 178/2002 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 28 stycznia 2002 r. ustanawiającym ogólne zasady i wymagania prawa żywnościowego, powołującym Europejski Urząd ds. Bezpieczeństwa Żywności oraz ustanawiającym procedury w zakresie bezpieczeństwa żywności (1) Dz.U. L 31 z 1.2.2002, s. 1. (1); b) jeżeli z analizy substancji alternatywnych wynika, że nie istnieją odpowiednie substancje do nich alternatywne; c) wniosek został złożony dla określonego zastosowania w kategorii produktu o znanym poziomie narażenia; oraz d) zostały ocenione i uznane przez SCCS za bezpieczne do stosowania w produktach kosmetycznych, w szczególności mając na uwadze narażenie na te produkty oraz całkowite narażenie pochodzące z innych źródeł, ze szczególnym				
--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

uwzględnieniem grup osób szczególnie wrażliwych. Zgodnie z art. 3 niniejszego rozporządzenia, aby zapobiec nieprawidłowemu stosowaniu produktu kosmetycznego, zapewnia się właściwe oznakowanie, z uwzględnieniem potencjalnego ryzyka związanego z obecnością substancji niebezpiecznych i drogami narażenia. Aby wdrożyć niniejszy akapit, Komisja wprowadza zmiany w załącznikach do niniejszego rozporządzenia zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3 niniejszego rozporządzenia, w ciągu 15 miesięcy od włączenia przedmiotowych substancji do części 3 załącznika VI do rozporządzenia (WE) nr 1272/2008. W sytuacjach wymagających pilnego rozpatrzenia Komisja może zastosować procedurę nadzwyczajną, o której mowa w art. 32 ust. 4 niniejszego rozporządzenia. Komisja upoważnia SCCS do ponownej oceny tych substancji niezwłocznie w razie powstania obaw związanych				
---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	z bezpieczeństwem i najpóźniej po upływie pięciu lat od ich włączenia do załączników III-VI do niniejszego rozporządzenia oraz co najmniej co pięć kolejnych lat. 3. Do dnia 11 stycznia 2012, Komisja zapewnia opracowanie odpowiednich wytycznych w celu umożliwienia zharmonizowanego podejścia do rozwoju i stosowania oceny całkowitego narażenia przy ocenie bezpiecznego stosowania substancji CMR. Wytyczne te opracowuje się w ramach konsultacji z SCCS, i innymi odpowiednimi zainteresowanymi stronami, w oparciu o najlepsze stosowane praktyki. 4. W przypadku dostępności kryteriów wspólnotowych lub kryteriów uzgodnionych na szczeblu międzynarodowym dotyczących identyfikacji substancji powodujących zaburzenia endokrynologiczne lub nie później niż w dniu 11 stycznia 2015 Komisja dokonuje przeglądu niniejszego rozporządzenia w zakresie substancji powodujących zaburzenia endokrynologiczne.				
Art. 16	1. W przypadku każdego	N			

TABELA ZGODNOŚCI

produktu kosmetycznego zawierającego nanomateriały zapewnia się wysoki poziom ochrony zdrowia ludzi. 2. Przepisy niniejszego artykułu nie mają zastosowania do nanomateriałów wykorzystywanych jako barwniki, substancje promieniotwórcze lub substancje konserwujące podlegające uregulowaniom na mocy art. 14, chyba że są one wyraźnie określone. 3. W uzupełnieniu do zgłoszenia zgodnie z art. 13 produkty kosmetyczne zawierające nanomateriały są zgłaszane drogą elektroniczną Komisji przez osobę odpowiedzialną sześć miesięcy przed wprowadzeniem do obrotu, z wyjątkiem sytuacji, gdy zostały już wprowadzone do obrotu przez tę samą odpowiedzialną osobę przed 11 stycznia 2013. W tym drugim przypadku produkty kosmetyczne zawierające nanomateriały wprowadzone do obrotu są zgłaszane drogą elektroniczną Komisji przez osobę odpowiedzialną między 11 stycznia 2013 i 11 lipca 2013, w uzupełnieniu do zgłoszenia z art. 13.				
---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	Akapity pierwszy i drugi nie mają zastosowania do produktów kosmetycznych zawierających nanomateriały zgodnie z wymogami określonymi w załączniku III. Zgłoszenie do Komisji obejmuje co najmniej następujące informacje: a) identyfikację nanomateriału w tym nazwę chemiczną (wg nomenklatury IUPAC) i inne oznaczenia określone w pkt 2 preambuły do załączników II-VI; b) specyfikację nanomateriału w tym wielkość cząsteczek oraz właściwości fizyczne i chemiczne; c) szacunkową ilość nanomateriałów zawartą w produktach kosmetycznych, jaką zamierza się wprowadzać rocznie do obrotu; d) profil toksykologiczny nanomateriału; e) dane dotyczące bezpieczeństwa nanomateriału z uwzględnieniem kategorii kosmetyku, w którym został zastosowany; f) dające się racjonalnie przewidzieć warunki narażenia. Osoba odpowiedzialna może wyznaczyć inną osobę prawną lub fizyczną, pisemnie				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	upoważniając ją do zgłoszenia nanomateriałów, i powiadamia o tym Komisję. Komisja nadaje numer porządkowy dla przesyłania profilu toksykologicznego, który może zastąpić informacje składane zgodnie z lit. d). 4. W przypadku gdy Komisja będzie miała wątpliwości co do bezpieczeństwa nanomateriału, zwraca się niezwłocznie do SCCS o wydanie opinii w sprawie bezpieczeństwa tych nanomateriałów dla zastosowania w odnośnych kategoriach produktów kosmetycznych oraz dających się racjonalnie przewidzieć warunków narażenia. Komisja podaje te informacje do wiadomości publicznej. SCCS wydaje opinię w terminie sześciu miesięcy od wniosku Komisji. Jeżeli SCCS stwierdzi brak jakichkolwiek niezbędnych danych, Komisja żąda od osoby odpowiedzialnej dostarczenia ich przed upływem wyraźnie wskazanego racjonalnie uzasadnionego terminu, który nie podlega przedłużeniu. SCCS wydaje ostateczną opinię w terminie sześciu miesięcy od podania dodatkowych danych.				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	Opinia SCCS podawana jest do wiadomości publicznej. 5. Komisja może w każdej chwili wszcząć procedurę określoną w ust. 4, jeśli ma wątpliwości związane z bezpieczeństwem, na przykład w związku z dostarczeniem nowych informacji przez stronę trzecią. 6. Komisja może zmienić załączniki II i III biorąc pod uwagę opinię SCCS, oraz w przypadkach, gdy istnieje potencjalne ryzyko dla zdrowia ludzi, a także w wypadku braku wystarczających danych. 7. Komisja może, biorąc pod uwagę postęp naukowotechniczny, zmienić ust. 3 poprzez ustanowienie dodatkowych wymogów. 8. Środki, o których mowa w ust. 6 i 7, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3. 9. W sytuacjach wymagających pilnego rozpatrzenia Komisja może zastosować procedurę, o której mowa w art. 32 ust. 4. 10. Komisja udostępnia następujące informacje:				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	a) Do 11 stycznia 2014 Komisja udostępni wykaz wszystkich nanomateriałów stosowanych w produktach kosmetycznych wprowadzanych do obrotu, łącznie z nanomateriałami stosowanymi jako barwniki, substancje promieniotwórcze i substancje konserwujące, podanymi w oddzielnej sekcji, ze wskazaniem kategorii produktów kosmetycznych i dających się racjonalnie przewidzieć warunków narażenia. Wykaz ten jest następnie regularnie aktualizowany i podawany do wiadomości publicznej. b) Komisja przedstawia Parlamentowi Europejskiemu i Radzie coroczną aktualizację sprawozdania podsumowującego, która ma zawierać informacje dotyczące rozwoju w wykorzystaniu nanomateriałów w produktach kosmetycznych we Wspólnocie, w tym nanomateriałów stosowanych jako barwniki, substancje promieniotwórcze i substancje konserwujące, podanymi w oddzielnej sekcji. Pierwsze sprawozdanie zostaje przedstawione przed 11 lipca				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	2014. Aktualizacja sprawozdania obejmie zwłaszcza podsumowanie dotyczące nowych nanomateriałów w nowych kategoriach produktów kosmetycznych, liczby zgłoszeń, postępów dokonanych w rozwijaniu metod oceny specyficznych dla nanomateriałów i wytycznych dotyczących oceny bezpieczeństwa oraz informacji o programach współpracy międzynarodowej. 11. Komisja regularnie dokonuje przeglądu przepisów niniejszego rozporządzenia dotyczącego nanomateriałów z uwzględnieniem postępu naukowego i proponuje – w razie konieczności – odpowiednie zmiany przepisów. Pierwszy przegląd zostanie dokonany do 11 lipca 2018.				
Art. 17	Dopuszczalna jest niezamierzona obecność małej ilości substancji niedozwolonej, pochodzącej z zanieczyszczeń składników naturalnych lub syntetycznych, procesu wytwarzania, przechowywania, migracji z opakowania, która przy zastosowaniu zasad dobrej praktyki produkcji jest ze	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	względów technologicznych nie do uniknięcia, pod warunkiem iż obecność ta jest zgodna z art. 3.				
Art. 18	1. Bez uszczerbku dla obowiązków ogólnych, wynikających z art. 3, niedozwolone jest: a) wprowadzanie do obrotu produktów kosmetycznych, których receptura końcowa, w celu spełnienia wymogów niniejszego rozporządzenia, podlegała testom na zwierzętach przy użyciu metod innych niż metody alternatywne, po tym jak takie metody alternatywne zostały uznane i przyjęte na poziomie wspólnotowym z uwzględnieniem postępu walidacji w ramach OECD; b) wprowadzanie do obrotu produktów kosmetycznych zawierających składniki lub ich kombinacje, które, w celu spełnienia wymogów niniejszego rozporządzenia, były testowane na zwierzętach przy zastosowaniu metod innych niż metody alternatywne, mimo że takie metody alternatywne zostały uznane i przyjęte na poziomie wspólnotowym z uwzględnieniem postępu walidacji w ramach OECD;	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	c) prowadzenie we Wspólnocie, w celu spełnienia wymogów niniejszego rozporządzenia, testów gotowych produktów kosmetycznych na zwierzętach; d) prowadzenie we Wspólnocie, w celu spełnienia wymogów niniejszego rozporządzenia, testów na zwierzętach, dotyczących składników lub kombinacji składników, po dniu, w którym wymagane jest zastąpienie takich testów przez jedną lub więcej zatwierdzonych metod alternatywnych, wymienionych w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 440/2008 z dnia 30 maja 2008 r. ustalającym metody badań zgodnie z rozporządzeniem (WE) nr 1907/2006 Parlamentu Europejskiego i Rady w sprawie rejestracji, oceny, udzielania zezwoleń i stosowanych ograniczeń w zakresie chemikaliów (REACH) lub w załączniku VIII do niniejszego rozporządzenia. 2. Komisja, po konsultacji z SCCS i Europejskim Centrum Uznawania Metod Alternatywnych (ECVAM) oraz z uwzględnieniem postępu walidacji w ramach OECD, ustaliła harmonogram				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	wprowadzania w życie przepisów ust. 1 lit. a), b) i d), w tym terminy wygaśnięcia możliwości stosowania różnych testów. Harmonogram został podany do wiadomości publicznej w dniu 1 października 2004 r. oraz został przesłany Parlamentowi Europejskiemu i Radzie. Okres wprowadzenia tych zasad zakończył się w dniu 11 marca 2009 r. w zakresie ust. 1 lit. a), b) i d). W odniesieniu do testów dotyczących toksyczności dawki powtarzanej, działania szkodliwego na rozrodczość i toksykokinetyki, dla których nie istnieją jeszcze metody alternatywne, okres na wprowadzenie przepisów ust. 1 lit. a) i b) zakończy się w dniu 11 marca 2013 r. Komisja bada możliwe trudności techniczne w dostosowywaniu się do zakazu dotyczącego testów, w szczególności związanych z toksycznością dawki powtarzanej, działaniem szkodliwym na rozrodczość i toksykokinetyką, dla których nie istnieją jeszcze metody alternatywne. Informacja o częściowych i końcowych wynikach tych badań jest				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

przedstawiana w rocznych sprawozdaniach, przedstawianych zgodnie z art. 35. Na podstawie tych rocznych sprawozdań harmonogramy ustalone zgodnie z akapitem pierwszym mogły zostać skorygowane do dnia 11 marca 2009 r., w odniesieniu do akapitu pierwszego oraz mogą zostać dostosowane do dnia 11 marca 2013 r. w odniesieniu do akapitu drugiego, po konsultacji z instytucjami, o których mowa w akapicie pierwszym. Komisja bada postęp i zgodność z terminami ostatecznymi, a także możliwe trudności techniczne związane z dostosowaniem do zakazu. Informacje o częściowych i końcowych wynikach badań Komisji są częścią rocznych sprawozdań, przedstawianych na podstawie art. 35. Jeśli w wyniku tych badań zostanie stwierdzone, najpóźniej na dwa lata przed terminem określonym w akapicie drugim, że z przyczyn technicznych jednego lub kilku testów określonych w tym akapicie nie można zastąpić zatwierdzonymi testami alternatywnymi przed upływem				
--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	okresu w nim określonego, Komisja powiadomi o tym Parlament Europejski i Radę oraz przedstawi projekt aktu prawnego, zgodnie z art. 251 Traktatu. W wyjątkowych okolicznościach, w przypadku gdy powstaną poważne obawy dotyczące bezpieczeństwa istniejącego składnika kosmetycznego, państwo członkowskie może zwrócić się do Komisji o odstępstwo od ust. 1. Wniosek taki zawiera ocenę sytuacji oraz wskazuje niezbędne środki. Na tej podstawie Komisja może, po konsultacji z SCCS, w drodze uzasadnionej decyzji, upoważnić do zastosowania takiego odstępstwa. Upoważnienie takie określa warunki związane z zastosowaniem odstępstwa, w zakresie szczególnych celów, czasu trwania oraz sposobu powiadomienia o wynikach. Odstępstwo może być przyznane jedynie wówczas, gdy: a) składnik jest w powszechnym użyciu i nie może być zastąpiony innym składnikiem o podobnym działaniu;		Art. 19	Organem właściwym do wystąpienia do Komisji Europejskiej z wnioskiem o odstępstwo, o którym mowa w art. 18 ust. 2 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny.	Rozporządzenie nr 1223/2009 przewiduje w swoich przepisach możliwość wystąpienia do Komisji Europejskiej z wnioskiem o udzielenie odstępstwa w zakresie zakazu testów na zwierzętach, w związku z powyższym w projekcie zaproponowano, że z ww. wnioskiem będzie występował Główny Inspektor Sanitarny (art. 19 projektu ustawy).
--	--	--	-----------------------	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	b) udowodniony jest szczególny problem zdrowia ludzi, a potrzeba przeprowadzenia testów na zwierzętach jest uzasadniona oraz potwierdzona przez szczegółowy protokół badań, zgłaszany jako podstawa do wydania oceny. Decyzja upoważniająca do zastosowania odstępstwa, warunki z nią związane oraz uzyskane wyniki końcowe wejdą w zakres rocznego sprawozdania, przedstawianego przez Komisję zgodnie z art. 35. Środki, o których mowa w akapicie szóstym, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3. 3. Do celów niniejszego artykułu i art. 20: a) „gotowy produkt kosmetyczny” oznacza produkt kosmetyczny zgodny ze swoją recepturą końcową w postaci, w jakiej jest wprowadzany do obrotu i udostępniany użytkownikowi końcowemu, lub prototyp takiego produktu; b) „prototyp” oznacza pierwszy				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	model lub projekt, nie produkowany jeszcze seryjnie, którego kopia lub ostateczna modyfikacja stanowi gotowy produkt kosmetyczny.				
Art. 19	1. Bez uszczerbku dla innych przepisów niniejszego artykułu, na rynku udostępniane są wyłącznie produkty kosmetyczne, na których pojemnikach i opakowaniach zewnętrznych znajdują się następujące, nieusuwalne, łatwe do odczytania i widoczne informacje: a) imię i nazwisko lub zarejestrowana firma oraz adres osoby odpowiedzialnej. Informacja ta może być skrócona, jeśli skrót umożliwia identyfikację tej osoby i jej adresu. Jeżeli podanych jest kilka adresów, adres, pod którym osoba odpowiedzialna udostępnia dokumentację produktu, jest wyróżniony. W przypadku importowanych produktów kosmetycznych podaje się nazwę kraju pochodzenia; b) nominalna zawartość w momencie pakowania, wyrażona w jednostkach masy lub objętości, z wyjątkiem opakowań	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	zawierających mniej niż pięć gramów lub mniej niż pięć mililitrów, bezpłatnych próbek i produktów w opakowaniach jednorazowego użycia; podawanie informacji o zawartości nie jest wymagane również w przypadku stosowanych zwyczajowo opakowań zbiorczych, jeśli informacje te znajdują się na opakowaniach jednostkowych, umieszczonych w tych opakowaniach zbiorczych: przy czym opakowania zbiorcze zawierają czytelną informację o liczbie opakowań jednostkowych, chyba, że liczba opakowań jednostkowych jest dobrze widoczna z zewnątrz lub produkty te są sprzedawane pojedynczo. Nie jest to konieczne, jeżeli łatwo jest po wyglądzie zewnętrznym ocenić tę ilość lub jeżeli produkt sprzedawany jest zazwyczaj w pojedynczych opakowaniach; c) data, do której dany produkt kosmetyczny, przechowywany w odpowiednich warunkach, zachowuje w pełni swoje pierwotne właściwości, a w szczególności pozostaje zgodny z art. 3 („data minimalnej trwałości”).				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	Data lub szczegółowe informacje o jej umiejscowieniu na opakowaniu poprzedza symbol określony w załączniku VII pkt 3 lub zwrot: „najlepiej zużyć przed końcem”. Data minimalnej trwałości jest wskazana w sposób jednoznaczny i zawiera miesiąc i rok albo dzień, miesiąc i rok, w tej kolejności. Jeżeli jest to konieczne, informację uzupełnia się o wskazanie warunków, które muszą być spełnione w celu zagwarantowania określonej trwałości. Wskazanie daty minimalnej trwałości nie jest obowiązkowe w przypadku produktów kosmetycznych o minimalnej trwałości dłuższej niż 30 miesięcy. Produkty takie zawierają informację o okresie, w jakim po otwarciu pojemnika, produkt jest bezpieczny i może być stosowany bez szkody dla konsumenta. Informacja ta powinna zawierać – z wyjątkiem przypadków, gdy pojęcie trwałości po otwarciu nie ma zastosowania – symbol określony w załączniku VII pkt 2 oraz wspomniany okres (w miesiącach lub latach); d) szczególne środki ostrożności,				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	których należy przestrzegać podczas stosowania, a co najmniej te wymienione w załącznikach III-VI oraz wszelkie inne informacje dotyczące środków ostrożności wymaganych dla produktów kosmetycznych do stosowania profesjonalnego; e) numer partii produktu lub oznaczenia pozwalające na identyfikację produktu kosmetycznego. Jeżeli jest to niemożliwe ze względów praktycznych, uwarunkowanych małymi rozmiarami produktu kosmetycznego, informacja ta może być umieszczona tylko na opakowaniu zewnętrznym; f) funkcja produktu kosmetycznego, chyba że jednoznacznie wynika ona z jego prezentacji; g) wykaz składników. Informacje te mogą być podane tylko na opakowaniu zewnętrznym. Wykaz poprzedzony jest określeniem „ingredients”. Do celów niniejszego artykułu składnik oznacza każdą substancję lub mieszaninę celowo zastosowaną w procesie wytwarzania produktu kosmetycznego. Jednakże za składniki produktu nie są				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	uważane: (i) zanieczyszczenia stosowanych surowców; (ii) dodatkowe materiały techniczne wykorzystane do przygotowania, lecz niewystępujące w produkcie końcowym. Kompozycje zapachowe i aromatyczne oraz surowce, z których je wytworzono, określane są terminem „parfum” lub „aroma”. Ponadto, w uzupełnieniu do terminów zapach lub aromat, obecność substancji, których umieszczenie wymagane jest w kolumnie „inne” w załączniku III, jest podawana w wykazie składników. Składniki w wykazie wymienia się w porządku malejącym, według masy w momencie ich dodawania do produktu kosmetycznego. Składniki o stężeniu mniejszym niż 1 % mogą być wymienione w dowolnej kolejności po składnikach, których stężenie jest wyższe niż 1 %. Wszystkie składniki zastosowane w postaci nanomateriałów są wyraźnie wskazane w wykazie składników. Wyraz „nano” podaje się w nawiasie po nazwie składnika.				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	Barwniki inne niż barwniki przeznaczone do barwienia włosów mogą być wymienione w dowolnej kolejności po innych składnikach produktów kosmetycznych. Z wyłączeniem barwników przeznaczonych do barwienia włosów, w przypadku produktów przeznaczonych do zdobienia ciała wprowadzanych do obrotu w różnych odcieniach, można wymienić wszystkie barwniki zastosowane w gamie odcieni, pod warunkiem, że użyto określenia „może zawierać” lub symbolu „+/-”. W stosownych przypadkach stosuje się nazewnictwo CI (Colour Index). 2. Jeżeli ze względów praktycznych nie jest możliwe zamieszczenie informacji wymienionych w ust. 1 lit. d) i g) w opisany sposób, stosuje się następujące zasady: — informacje umieszcza się na załączonej lub doczepionej ulotce, etykiecie, taśmie, metce lub karcie; — jeżeli jest to możliwe ze względów praktycznych, odniesienie do wspomnianych informacji podaje się w postaci informacji skróconej lub symbolu podanego w załączniku VII pkt 1. W wypadku informacji, o których				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	mowa w ust. 1 lit. d), symbol ten musi być umieszczony na pojemniku lub opakowaniu zewnętrznym, a w wypadku informacji, o których mowa ust. 1 lit. g), na opakowaniu zewnętrznym. 3. W przypadku mydła, kulek do kąpieli i innych małych produktów kosmetycznych, gdzie ze względów praktycznych nie jest możliwe umieszczenie informacji, o których mowa w ust. 1 lit. g), na etykiecie, metce, taśmie lub karcie lub w załączonej ulotce, informacje te umieszcza się w informacji umieszczonej w bezpośredniej bliskości pojemnika, w którym dany produkt kosmetyczny wystawiony jest do sprzedaży. 4. W przypadku produktów kosmetycznych niepakowanych lub pakowanych na miejscu sprzedaży na prośbę kupującego lub wstępnie pakowanych w celu natychmiastowej sprzedaży państwa członkowskie przyjmą szczegółowe zasady zamieszczania informacji, o których mowa w ust. 1. 5. Informacje wymienione w ust. 1 lit. b), c), d) i f) i w ust. 2, 3 i 4 podaje się w języku określonym przepisami państwa	T T	Art. 4 ust. 2 Art. 4 ust. 1	Art. 4 ust. 2. Jeżeli produkt kosmetyczny jest nieopakowany lub pakowany na miejscu sprzedaży na prośbę kupującego lub wstępnie pakowany w celu natychmiastowej sprzedaży, informacje wymienione w art. 19 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009 umieszcza się na pojemniku lub opakowaniu, w którym produkt kosmetyczny jest wystawiony do sprzedaży. Produkty kosmetyczne udostępniane na	Przepis art. 19 ust. 4 rozporządzenia nr 1223/2009 zrealizowano poprzez zaproponowanie zachowanie dotychczasowego podejścia, zgodnie z art. 6 ust. 8 ustawy z dnia 30 marca 2001 r. o kosmetykach (Dz. U. z 2013 r. poz. 475 oraz z 2018 r. poz. 650),
--	---	-------------------	---	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

	członkowskiego, w którym dany produkt jest udostępniany użytkownikowi końcowemu. 6. Informacje, o których mowa w ust. 1 lit. g), podaje się stosując wspólne nazwy składników, określone w słowniku przewidzianym w art. 33. W razie braku wspólnej nazwy składnika należy użyć nazwy zgodnej z ogólnie przyjętym nazewnictwem.	N		terytorium Rzeczypospolitej Polskiej znakuje się w języku polskim zgodnie z wymaganiami, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009.	Art. 19 ust. 5 uregulowano w art. 4 ust. 1, czyli doprecyzowano, że produkty kosmetyczne udostępniane na terytorium Rzeczypospolitej Polskiej znakuje się w języku polskim zgodnie z wymaganiami, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009 (art. 4 ust. 1 projektu ustawy).
Art. 20	1. Na etykiecie, podczas udostępniania na rynku i reklamowania produktów kosmetycznych, tekst, nazwy, znaki towarowe, obrazy lub inne znaki nie są używane tak, aby przypisywać tym produktom cechy lub funkcje, których nie posiadają. 2. We współpracy z państwami członkowskimi Komisja opracowuje plan działania dotyczący stosowanych oświadczeń oraz ustala priorytety w celu określenia wspólnych kryteriów uzasadniających stosowanie oświadczeń. Po konsultacji z SCCS lub innymi odnośnymi organami Komisja przyjmuje wykaz wspólnych kryteriów dla oświadczeń, które	N			

TABELA ZGODNOŚCI

mogą być zastosowane w odniesieniu do produktów kosmetycznych, zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3 niniejszego rozporządzenia, uwzględniając przepisy dyrektywy 2005/29/WE. Do 11 lipca 2016 w oparciu o wspólne kryteria przyjęte na mocy akapitu drugiego Komisja przedstawia Parlamentowi Europejskiemu i Radzie sprawozdanie w sprawie stosowania oświadczeń. Jeżeli w sprawozdaniu stwierdzi się niezgodność oświadczeń stosowanych w odniesieniu do produktów kosmetycznych ze wspólnymi kryteriami, we współpracy z państwami członkowskimi Komisja przyjmuje stosowne środki na rzecz zapewnienia zgodności. 3. Osoba odpowiedzialna może umieścić na opakowaniu produktu lub w jakimkolwiek innym dokumencie, w informacji, na etykiecie, opasce dołączonej lub odnoszącej się do produktu kosmetycznego, oznaczenia, że nie był on testowany na zwierzętach, jedynie wówczas, gdy producent i jego dostawcy nie wykonywali ani nie zlecali				
---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	wykonania testów na zwierzętach gotowego produktu kosmetycznego, prototypu ani żadnego z jego składników, a także gdy nie zawiera on składników testowanych przez innych producentów na zwierzętach w celu wytworzenia nowych produktów kosmetycznych.				
Art. 21	Bez uszczerbku dla ochrony, w szczególności, tajemnicy handlowej oraz praw własności intelektualnej, osoba odpowiedzialna zapewnia, że jakościowy i ilościowy skład produktu kosmetycznego, a w przypadku kompozycji zapachowych i aromatycznych, nazwa i numer kodu kompozycji oraz tożsamość dostawcy, jak również istniejące dane na temat działania niepożądanego i ciężkiego działania niepożądanego produktu kosmetycznego są łatwo dostępne publicznie za pośrednictwem wszystkich właściwych środków informacji. Wymóg publicznego udostępniania informacji ilościowych dotyczących składu produktu kosmetycznego ogranicza się do substancji	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	niebezpiecznych, zgodnie z art. 3 rozporządzenia (WE) nr 1272/2008.				
Art. 22	Państwa członkowskie prowadząc kontrole wewnątrzrynkowe monitorują zgodność udostępnionych na rynku produktów kosmetycznych z niniejszym rozporządzeniem. Przeprowadzają one w odpowiedniej skali należyte kontrole produktów kosmetycznych i podmiotów gospodarczych wykorzystując dokumentację produktu i, w odpowiednich przypadkach, kontrole fizyczne i badania laboratoryjne na podstawie reprezentatywnych próbek. Państwa członkowskie monitorują również przestrzeganie zasad dobrych praktyk wytwarzania. Państwa członkowskie powierzają organom nadzoru rynkowego uprawnienia, zasoby i umiejętności niezbędne do prawidłowego wykonywania przez nie zadań.	N	Art. 5-7	Art. 5. Jeżeli wytwórca nie jest osobą odpowiedzialną, jest obowiązany do wskazania osoby odpowiedzialnej organom, o których mowa w art. 14. Art. 6. 1. Wtwórca jest obowiązany do złożenia wniosku o wpis zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne do wykazu tych zakładów, zwanego dalej „wykazem zakładów”. 2. Wykaz zakładów prowadzi państwowy powiatowy inspektor sanitarny właściwy ze względu na siedzibę zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne.	W zakresie dot. monitorowania przestrzegania zasad dobrych praktyk wytwarzania zaproponowano uregulowanie zawarte w art. 5-6 projektu ustawy (rejestr zakładów wytwórczych). W zakresie powierzania organom nadzoru uprawnień, zasobów

TABELA ZGODNOŚCI

				3. Wykaz zakładów służy monitorowaniu przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 i nie jest udostępniany w trybie ustawy z dnia 6 września 2001 r. o dostępie do informacji publicznej (Dz. U. z 2016 r. poz. 1764 oraz z 2017 r. poz. 933). 4. Wytwórca składa wniosek o wpis do wykazu zakładów, w postaci papierowej albo elektronicznej, w terminie 30 dni od dnia rozpoczęcia prowadzenia działalności w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne. 5. Wniosek o wpis do wykazu zakładów zawiera: 1) imię, nazwisko albo nazwę (firmę) i adres wytwórcy; 2) nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne; 3) określenie rodzaju i zakresu działalności, która ma być prowadzona w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne. 6. Wytwórcy wydaje się zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów, które zawiera datę wpisu do tego wykazu oraz nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne. 7. W przypadku zmiany danych, o których mowa w ust. 5, wytwórca składa wniosek o dokonanie zmian w wykazie zakładów, w postaci papierowej albo	i umiejętności niezbędnych do prawidłowego wykonywania przez nie zadań – cel ten jest realizowany poprzez przepisy Rozdziału 4 projektowanej ustawy, określającego uprawnienia Inspekcji sprawujących nadzór nad produktami kosmetycznymi, budżety Inspekcji określone są odpowiednimi ustawami, natomiast w zakresie umiejętności Inspekcji – prowadzone są systematyczne szkolenia dot. aktualnych problemów.
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

				elektronicznej, w terminie 30 dni od dnia zaistnienia zmiany. Wniosek zawiera wskazanie danych, o których mowa w ust. 5, które uległy zmianie. 8. Wykreślenie z wykazu zakładów następuje na podstawie: 1) złożonego przez wytwórcę, w postaci papierowej albo elektronicznej, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów, który zawiera dane, o których mowa w ust. 5; 2) decyzji właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego, jeżeli wytwórca zaprzestał prowadzenia działalności objętej wpisem i nie złożył wniosku, o którym mowa w pkt 1. Art. 7. 1. Wykaz zakładów zawiera dane, o których mowa w art. 6 ust. 5, oraz: 1) datę wpisu do wykazu zakładów; 2) informacje o przeprowadzonych przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego urzędowych kontrolach zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne; 3) informacje o zmianie danych, o których mowa w art. 6 ust. 5, lub wykreśleniu zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne z wykazu zakładów. 2. Minister właściwy do spraw	
--	--	--	--	---	--

TABELA ZGODNOŚCI

	Państwa członkowskie dokonują okresowych przeglądów i ocen przebiegu swych działań nadzorczych. Takie przeglądy i oceny przeprowadzane są co najmniej raz na cztery lata, a ich wyniki są przekazywane pozostałym państwom członkowskim i Komisji i podawane do wiadomości publicznej drogą elektroniczną, a w razie potrzeby za pomocą innych środków.		Art. 20	zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, wzory: 1) wniosku o wpis do wykazu zakładów, 2) wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów, 3) wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów, 4) zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów – uwzględniając zakres danych zawartych w wykazie zakładów oraz zapewnienie jednolitości wydawanych zaświadczeń. Art. 20. 1. Główny Inspektor Sanitarny we współpracy z Prezesem Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów przygotowuje i przekazuje Komisji Europejskiej oraz państwom członkowskim Unii Europejskiej lub państwom członkowskim Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stronom umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym raport obejmujący wyniki okresowych przeglądów i ocen działań nadzorczych, o których mowa w art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009. 2. Raport, o którym mowa w ust. 1, Główny Inspektor Sanitarny udostępnia w Biuletynie Informacji Publicznej na stronie podmiotowej Głównego Inspektoratu Sanitarnego.	W zakresie dokonywania okresowych przeglądów systemu nadzoru – uregulowano w art. 20 projektu ustawy.
--	--	--	-----------------------	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

Art. 23	1. W przypadku ciężkiego działania niepożądanego osoba odpowiedzialna i dystrybutorzy niezwłocznie zgłaszają następujące dane właściwemu organowi państwa członkowskiego, w którym wystąpiło ciężkie działanie niepożądane: a) wszelkie ciężkie działania niepożądane, które są im znane, lub których znajomości można od nich racjonalnie oczekiwać; b) nazwę danego produktu kosmetycznego, którego sprawa dotyczy, umożliwiającą jego jednoznaczną identyfikację; c) działania naprawcze, jeżeli zostały przez nich podjęte. 2. Kiedy osoba odpowiedzialna zgłosi ciężkie działanie niepożądane właściwemu organowi państwa członkowskiego, w którym wystąpiło to działanie, ten właściwy organ niezwłocznie przekazuje informacje, o których mowa w ust. 1, właściwym organom pozostałych państw członkowskich. 3. Kiedy dystrybutorzy zgłoszą ciężkie działania niepożądane właściwemu organowi państwa członkowskiego, w którym wystąpiło to działanie, dany	N	Art. 8-13	Art. 8. 1. Tworzy się System Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, zwany dalej „systemem”. 2. W systemie są gromadzone i przetwarzane dane o ciężkich działaniach niepożądanych zgłoszone zgodnie z art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009. 3. Główny Inspektor Sanitarny jest administratorem danych osobowych i administratorem systemu. 4. W celu zapewnienia bezpieczeństwa danych w czasie eksploatacji systemu Główny Inspektor Sanitarny powierza przetwarzanie danych zawartych w systemie ośrodkowi administrującemu określone w przepisach wydanych na podstawie art. 13. 5. Ośrodek administrujący spełnia następujące wymagania: 1) posiada co najmniej pięcioletnie doświadczenie w zakresie zagadnień objętych przeprowadzaniem ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych; 2) posiada doświadczenie w zakresie dotyczącym toksycznego działania substancji i mieszanin chemicznych; 3) posiada doświadczenie w zakresie dotyczącym narażenia na działanie produktu kosmetycznego oraz	W art. 8-13 projektu ustawy zaproponowano utworzenie systemu gromadzącego informacje o działaniach niepożądanych wyznaczono organy właściwe. Przewiduje się, że administratorem systemu będzie Główny Inspektor Sanitarny, a minister właściwy do spraw zdrowia, określi, w drodze rozporządzenia, ośrodek administrujący systemem. Dane dotyczące działań niepożądanych będą zgłaszane do ośrodka administrującego systemem. Ośrodek administrujący systemem będzie dokonywał weryfikacji otrzymanych danych, w celu stwierdzenia, czy zgłoszenie spełnia kryteria definicji ciężkiego działania niepożądanego. Przewidziano, że ośrodkiem administrującym systemem może być podmiot, który spełni wymagania odnoszące się do przeprowadzania ocen i kwalifikacji ciężkich działań
----------------	--	----------	------------------	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	właściwy organ niezwłocznie przekazuje informacje, o których mowa w ust. 1, właściwym organom pozostałych państw członkowskich i osobie odpowiedzialnej. 4. Kiedy użytkownicy końcowi lub pracownicy służby zdrowia zgłoszą ciężkie działania niepożądane właściwemu organowi państwa członkowskiego, w którym wystąpiło to działanie, ten właściwy organ niezwłocznie przekazuje informacje o tym produkcie kosmetycznym właściwym organom pozostałych państw członkowskich i osobie odpowiedzialnej. 5. Właściwe organy mogą wykorzystywać informacje, o których mowa w niniejszym artykule, do celów nadzoru wewnątrzrynkowego, analizy rynku, ocen i informacji dla konsumentów w rozumieniu art. 25, 26 i 27.		substancji i mieszanin chemicznych; 4) zatrudnia osoby posiadające kwalifikacje dla przeprowadzania ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych. 6. Ośrodek administrujący jest obowiązany do stworzenia warunków organizacyjnych i technicznych zapewniających ochronę przetwarzanych danych przed nieuprawnionym dostępem, nielegalnym ujawnieniem lub pozyskaniem, a także ich modyfikacją, uszkodzeniem, zniszczeniem lub utratą. 7. Główny Inspektor Sanitarny może kontrolować ośrodek administrujący w zakresie realizacji warunków, o których mowa w ust. 6, oraz sposobu realizacji celów powierzenia danych przetwarzanych w systemie. 8. Ośrodek administrujący nie może powierzać innym podmiotom przetwarzania danych zawartych w systemie. 9. Zadania ośrodka administrującego są finansowane z budżetu państwa, z części, której dysponentem jest minister właściwy do spraw zdrowia. Art. 9. 1. Dane o ciężkich działaniach niepożądanych są zgłaszane do ośrodka administrującego. 2. W przypadku gdy zgłoszenia ciężkiego działania niepożądanego do ośrodka administrującego dokonuje użytkownik końcowy, zgłoszenie to	niepożądanych spowodowanych użyciem produktów kosmetycznych oraz toksycznego działania substancji i mieszanin chemicznych, posiada właściwie wykształconych pracowników oraz co najmniej pięcioletnie doświadczenie w zakresie zagadnień objętych przeprowadzaniem ocen i kwalifikacji ciężkich działań niepożądanych spowodowanych stosowaniem produktów kosmetycznych. Ośrodek administrujący systemem będzie informował Głównego Inspektora Sanitarnego o zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego, który zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009, będzie informował właściwe organy państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim
--	---	--	---	---

TABELA ZGODNOŚCI

				zawiera: 1) nazwę produktu kosmetycznego, którego stosowanie podejrzewa się o spowodowanie tego działania niepożądanego oraz numer partii tego produktu; 2) dane osobowe tego użytkownika: a) imię i nazwisko, b) wiek, c) wykonywany zawód, o ile jest związany ze stosowaniem tego produktu kosmetycznego, d) adres zamieszkania lub adres do korespondencji, e) adres poczty elektronicznej, numer telefonu, jeżeli posiada; 3) inne dane podane przez użytkownika końcowego w związku ze zgłoszeniem; 4) opis ciężkiego działania niepożądanego oraz, jeżeli jest to uzasadnione, inne informacje dotyczące stanu zdrowia. 3. Ośrodek administrujący dokonuje weryfikacji danych, o których mowa w ust. 2, w celu stwierdzenia, czy zgłoszenie spełnia kryteria definicji ciężkiego działania niepożądanego. 4. W przypadku gdy zgłoszenia ciężkiego działania niepożądanego do ośrodka administrującego dokonuje podmiot wykonujący działalność leczniczą lub osoba wykonująca zawód medyczny w tym podmiocie, zgłoszenie to zawiera:	Obszarze Gospodarczym oraz osobę odpowiedzialną. Ponadto przewidziano przepisy dot. zgłaszania przypadków ciężkich działań niepożądanych przez podmiot wykonujący działalność leczniczą lub osoba wykonująca zawód medyczny w tym podmiocie. Doprecyzowano kwestie związane przewarżaniem i ochroną danych osobowych.
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

				1) nazwę produktu kosmetycznego, którego stosowanie podejrzewa się o spowodowanie tego działania niepożądanego oraz numer partii tego produktu; 2) opis ciężkiego działania niepożądanego; 3) wiek i wykonywany zawód użytkownika końcowego, o ile jest związany ze stosowaniem tego produktu kosmetycznego – jeżeli zostały podane. Art. 10. 1. Dane osobowe są przetwarzane przez ośrodek administrujący w celu wykonywania obowiązków wynikających z art. 23 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009. 2. Dane osobowe są przechowywane w ośrodku administrującym w warunkach uniemożliwiających dostęp do nich osób innych niż upoważnione. 3. Dane osobowe są przechowywane w ośrodku administrującym nie dłużej niż rok od zakończenia weryfikacji zgłoszenia działania niepożądanego. 4. Ośrodek administrujący jest obowiązany po zaprzestaniu przetwarzania danych do ich przekazania Głównemu Inspektorowi Sanitarnemu. 5. Ośrodek administrujący oraz osoby upoważnione do przetwarzania danych w systemie są obowiązane do zachowania w tajemnicy informacji związanych z danymi zawartymi w systemie.	
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

				Art. 11. 1. W przypadku zgłoszenia działania niepożądanego przez użytkownika końcowego do osoby odpowiedzialnej lub dystrybutora, osoba odpowiedzialna lub dystrybutor przetwarza dane osobowe, o których mowa w art. 9 ust. 2 pkt 2–4, i jest ich administratorem. 2. Dane osobowe są przetwarzane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora w celu zrealizowania obowiązków wynikających z art. 10 ust. 1, art. 11 ust. 2 lit. b, art. 21 oraz art. 23 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009. 3. Dane osobowe są przechowywane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora w warunkach uniemożliwiających dostęp do nich osób innych niż upoważnione. 4. Dane osobowe są przechowywane przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora nie dłużej niż rok od zakończenia przez nich weryfikacji zgłoszenia działania niepożądanego. 5. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor są obowiązani do stworzenia warunków organizacyjnych i technicznych zapewniających ochronę przetwarzanych danych przed nieuprawnionym dostępem, nielegalnym ujawnieniem lub pozyskaniem, a także ich modyfikacją, uszkodzeniem, zniszczeniem lub utratą. 6. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor oraz osoby upoważnione w tych	
--	--	--	--	---	--

TABELA ZGODNOŚCI

				podmiotach do przetwarzania danych są obowiązane do zachowania w tajemnicy informacji związanych z tymi danymi. Art. 12. 1. Ośrodek administrujący informuje Głównego Inspektora Sanitarnego o zgłoszeniu ciężkiego działania niepożądanego. Informacja ta zawiera dane określone w art. 9 ust. 4 oraz w przypadku zgłoszenia ciężkiego działania niepożądanego przez osobę odpowiedzialną lub dystrybutora dane, o których mowa w art. 23 ust. 1 lit. c rozporządzenia nr 1223/2009. 2. Organem właściwym w sprawach, o których mowa w art. 23 ust. 2-4 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny. Art. 13. Minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, ośrodek administrujący spośród jednostek naukowych w rozumieniu art. 2 pkt 9 ustawy z dnia 30 kwietnia 2010 r. o zasadach finansowania nauki (Dz. U. z 2018 r. poz. 87), mając na względzie zapewnienie realizacji zadań wynikających z art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009.	
Art. 24	W razie poważnych wątpliwości dotyczących bezpieczeństwa substancji zawartych w produktach kosmetycznych, właściwy organ państwa członkowskiego, w którym	N	Art. 21	Art. 21. 1. Organem właściwym, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny. 2. Główny Inspektor Sanitarny może	Będzie to Główny Inspektor Sanitarny.

TABELA ZGODNOŚCI

	produkt zawierający taką substancję jest udostępniany na rynku, może, poprzez skierowanie do osoby odpowiedzialnej umotywowanego wniosku, zażądać od niej przedłożenia listy wszystkich produktów kosmetycznych, za które jest ona odpowiedzialna i które zawierają daną substancję. Lista ta zawiera informacje o stężeniu tej substancji w produktach kosmetycznych. Właściwe organy mogą wykorzystywać informacje, o których mowa w niniejszym artykule, do celów nadzoru wewnątrzrynkowego, analizy rynku, oceny i informacji dla konsumentów w rozumieniu art. 25, 26 i 27.			polecić państwowemu wojewódzkiemu, powiatowemu lub granicznemu inspektorowi sanitarnemu przeprowadzenie postępowania wyjaśniającego w zakresie, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, dotyczącym współpracy między właściwymi organami państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym.	
Art. 25	1. Bez uszczerbku dla ust. 4, właściwe organy żądają od osoby odpowiedzialnej podjęcia wszelkich odpowiednich środków, w tym proporcjonalnych do rodzaju ryzyka środków naprawczych zapewniających osiągnięcie zgodności produktu kosmetycznego z przepisami, wycofanie produktu z rynku lub	N	Art. 14, art. 21 i art. 22	Art. 14. Nadzór nad przestrzeganiem przepisów ustawy oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 sprawują w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa. Art. 21. 1. Organem właściwym, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny. 2. Główny Inspektor Sanitarny może	Proponuje się, aby nadzór nad przestrzeganiem przepisów projektowanej ustawy o produktach kosmetycznych oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009, sprawowały – w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa (art.

TABELA ZGODNOŚCI

	jego wycofanie od użytkowników końcowych w wyrażnie podanym terminie, jeżeli niezgodność z przepisami dotyczy następujących kwestii: a) dobrej praktyki produkcji, o której mowa w art. 8; b) oceny bezpieczeństwa, o której mowa w art. 10; c) wymogów dotyczących dokumentacji produktu, o których mowa w art. 11; d) pobierania próbek i wykonywania analiz, o których mowa w art. 12; e) wymogów w zakresie zgłaszania, o których mowa w art. 13 i 16; f) ograniczeń dotyczących substancji, o których mowa w art. 14, 15 i 17; g) wymogów w zakresie testów na zwierzętach, o których mowa w art. 18; h) wymogów w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 ust. 1, 2, 5 i 6; i) wymogów związanych z oświadczeniami o produkcie, o których mowa w art. 20; j) publicznego dostępu do informacji, o którym mowa w art. 21; k) informowania o ciężkim działaniu niepożądanym,			polecić państwowemu wojewódzkiemu, powiatowemu lub granicznemu inspektorowi sanitarnemu przeprowadzenie postępowania wyjaśniającego w zakresie, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, dotyczącym współpracy między właściwymi organami państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym. Art. 22. W celu realizacji przepisów art. 25 ust. 2 i 4–6 rozporządzenia nr 1223/2009 państwowy powiatowy inspektor sanitarny informuje o podjętych środkach Głównego Inspektora Sanitarnego, który powiadamia Komisję Europejską oraz państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym.	14 projektu ustawy) oraz Główny Inspektor Sanitarny (art. 21 i art. 22 projektu ustawy).
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

	o którym mowa w art. 23; 1) wymogów dotyczących informacji o substancjach, o których mowa w art. 24. 2. Jeżeli ma to zastosowanie, właściwy organ zawiadamia właściwy organ państwa członkowskiego, w którym ma siedzibę osoba odpowiedzialna, o środkach, do których przyjęcia zobowiązał osobę odpowiedzialną. 3. Osoba odpowiedzialna zapewnia podjęcie środków, o których mowa w ust. 1, w odniesieniu do wszystkich produktów, których to dotyczy, udostępnianych na rynku całej Wspólnoty. 4. W razie poważnego ryzyka dla zdrowia ludzi, jeżeli właściwy organ uzna, że niezgodność z przepisami nie ogranicza się do terytorium państwa członkowskiego, w którym produkt kosmetyczny jest udostępniany na rynku, informuje on Komisję i właściwe organy innych państw członkowskich o środkach, których podjęcie nakazał osobie odpowiedzialnej. 5. Właściwy organ podejmuje wszelkie właściwe środki, aby zapobiec				
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	udostępnianiu na rynku danego produktu kosmetycznego lub ograniczyć jego udostępnianie lub wycofać produkt z rynku lub wycofać produkt od użytkowników końcowych w następujących przypadkach: a) jeżeli w związku z poważnym ryzykiem dla zdrowia ludzi konieczne jest podjęcie natychmiastowych działań; lub b) jeżeli osoba odpowiedzialna nie podejmie wszelkich właściwych środków w terminie, o którym mowa w ust. 1. W razie poważnego ryzyka dla zdrowia ludzi, właściwy organ niezwłocznie informuje Komisję i właściwe organy innych państw członkowskich o podjętych środkach. 6. W razie braku istnienia poważnego ryzyka dla zdrowia ludzi, w przypadku gdy osoba odpowiedzialna nie podejmie wszelkich właściwych środków, właściwy organ niezwłocznie informuje o podjętych środkach właściwy organ państwa członkowskiego, w którym osoba odpowiedzialna ma siedzibę. 7. Do celów ust. 4 i 5 niniejszego artykułu stosuje się				
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

	system wymiany informacji przewidziany w art. 12 ust. 1 dyrektywy 2001/95/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 3 grudnia 2001 r. w sprawie ogólnego bezpieczeństwa produktów. Zastosowanie ma również art. 12 ust. 2, 3 i 4 dyrektywy 2001/95/WE oraz art. 23 rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 765/2008 z dnia 9 lipca 2008 r. ustalającym wymogi w zakresie akredytacji i nadzoru rynkowego odnoszące się do warunków wprowadzania produktów do obrotu.				
Art. 26	Jeżeli niezgodność z przepisami dotyczy zobowiązań określonych w art. 6, właściwe organy nakazują dystrybutorom podjęcie wszelkich proporcjonalnych do rodzaju ryzyka odpowiednich środków, w tym środków naprawczych zapewniających osiągnięcie zgodności produktu kosmetycznego z przepisami, wycofanie produktu z rynku lub jego wycofanie od użytkowników końcowych w określonym uzasadnionym terminie.	N	Art. 24 w zw. z art. 14	Art. 24. 1. Organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej są właściwe do realizacji zadań, o których mowa w art. 25 oraz art. 26 rozporządzenia nr 1223/2009. 2. Organy Inspekcji Handlowej są właściwe w zakresie swoich kompetencji do realizacji zadań, o których mowa w art. 26 rozporządzenia 1223/2009. Art. 14. Nadzór nad przestrzeganiem przepisów ustawy oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 sprawują w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa.	Proponuje się, aby nadzór nad przestrzeganiem przepisów projektowanej ustawy o produktach kosmetycznych oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009, sprawowały – w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa (art. 14 projektu ustawy).

TABELA ZGODNOŚCI

Art. 27	1. W przypadku produktów spełniających wymogi wymienione w art. 25 ust. 1, jeżeli właściwy organ stwierdzi lub ma uzasadnione podstawy do obaw, że udostępniany na rynku produkt kosmetyczny lub produkty kosmetyczne stanowią lub mogą stanowić poważne ryzyko dla zdrowia ludzi, podejmuje on wszelkie właściwe środki tymczasowe, aby zagwarantować wycofanie tego produktu lub tych produktów z rynku lub ich wycofanie od użytkowników końcowych lub ograniczenie ich dostępności w inny sposób. 2. Właściwy organ bezzwłocznie przekazuje Komisji i właściwym organom innych państw członkowskich informacje o podjętych środkach i wszelkie stosowne dane. Do celów akapitu pierwszego stosuje się system wymiany informacji przewidziany w art. 12 ust. 1 dyrektywy 2001/95/WE Parlamentu Europejskiego i Rady. Zastosowanie ma art. 12 ust. 2, 3 i 4 dyrektywy 2001/95/WE. 3. Komisja określa niezwłocznie, czy środki	N	Art. 22	Art. 22. W celu realizacji przepisów art. 25 ust. 2 i 4–6 rozporządzenia nr 1223/2009 państwowy powiatowy inspektor sanitarny informuje o podjętych środkach Głównego Inspektora Sanitarnego, który powiadamia Komisję Europejską oraz państwa członkowskie Unii Europejskiej lub państwa członkowskie Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – strony umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym.	Będzie to Główny Inspektor Sanitarny.
----------------	--	----------	----------------	---	--

TABELA ZGODNOŚCI

	tymczasowe, o których mowa w ust. 1, są uzasadnione, czy też nie. W tym celu, jeżeli jest to możliwe, konsultuje się ona z zainteresowanymi stronami, państwami członkowskimi i SCCS. 4. Jeżeli środki tymczasowe są uzasadnione, zastosowanie ma art. 31 ust. 1. 5. Jeżeli środki tymczasowe nie są uzasadnione, Komisja informuje o tym fakcie państwa członkowskie, a odpowiedni właściwy organ uchyla przedmiotowe środki tymczasowe.				
Art. 28	1. W każdej decyzji podjętej na mocy art. 25 i 27 dokładnie określa się przyczyny jej podjęcia. Decyzja jest niezwłocznie zgłaszana przez właściwy organ osobie odpowiedzialnej, którą równocześnie informuje się o dostępnych na mocy prawodawstwa danego państwa członkowskiego środkach naprawczych, oraz o terminach, które mają do nich zastosowanie. 2. Przed podjęciem jakiegokolwiek decyzji, z wyjątkiem wypadków, w których ze względu na poważne ryzyko dla zdrowia ludzi konieczne jest podjęcie	N		W powyższym zakresie zastosowanie mają przepisy art. 8-16 ustawy z dnia 14 czerwca 1960 r. – Kodeks postępowania administracyjnego (Dz. U. z 2017 r. poz. 1257).	Art. 26. Do kontroli działalności gospodarczej przedsiębiorcy stosuje się przepisy rozdziału 5 ustawy z dnia 6 marca 2018 r. – Prawo przedsiębiorców (Dz. U. poz. 646). W powyższym zakresie zastosowanie mają przepisy art. 8-16 ustawy z dnia 14 czerwca 1960 r. – Kodeks postępowania administracyjnego (Dz. U. z 2017 r. poz. 1257). Ustalając wysokość kary

TABELA ZGODNOŚCI

	natychmiastowych działań, umożliwia się osobie odpowiedzialnej przedstawienie swojej opinii. 3. W stosownych przypadkach przepisy wymienione w ust. 1 i 2 stosuje się w odniesieniu do dystrybutora w odniesieniu do wszelkich decyzji podjętych na podstawie art. 26 i 27.				pieniężnej, właściwy państwowy powiatowy inspektor sanitarny uwzględnia przepisy art. 189d ustawy z dnia 14 czerwca 1960 r. – Kodeks postępowania administracyjnego (Dz. U. z 2017 r. poz. 1257). Zgodnie z tym przepisem wymierzając administracyjną karę pieniężną, organ administracji publicznej bierze pod uwagę: 1) wagę i okoliczności naruszenia prawa, w szczególności potrzebę ochrony życia lub zdrowia, ochrony mienia w znacznych rozmiarach lub ochrony ważnego interesu publicznego lub wyjątkowo ważnego interesu strony oraz czas trwania tego naruszenia; 2) częstotliwość niedopełniania w przeszłości obowiązku albo naruszania zakazu tego samego rodzaju co
--	---	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

					niedopełnienie obowiązku albo naruszenie zakazu, w następstwie którego ma być nałożona kara; 3) uprzednie ukaranie za to samo zachowanie za przestępstwo, przestępstwo skarbowe, wykroczenie lub wykroczenie skarbowe; 4) stopień przyczynienia się strony, na którą jest nakładana administracyjna kara pieniężna, do powstania naruszenia prawa; 5) działania podjęte przez stronę dobrowolnie w celu uniknięcia skutków naruszenia prawa; 6) wysokość korzyści, którą strona osiągnęła, lub straty, której uniknęła; 7) w przypadku osoby fizycznej – warunki osobiste strony, na którą administracyjna kara pieniężna jest
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

					nakładana.
Art. 29	1. Właściwe organy państw członkowskich współpracują ze sobą oraz z Komisją w celu zapewnienia właściwego stosowania i odpowiedniego egzekwowania niniejszego rozporządzenia i przekazują sobie wszelkie informacje niezbędne w celu jednolitego stosowania niniejszego rozporządzenia. 2. W celu koordynacji jednolitego stosowania niniejszego rozporządzenia, Komisja zapewnia organizację wymiany doświadczeń między właściwymi organami. 3. Współpraca może być elementem inicjatyw podejmowanych na poziomie międzynarodowym.	N			
Art. 30	Właściwy organ każdego państwa członkowskiego, w którym dany produkt kosmetyczny jest udostępniany, może złożyć wniosek do właściwego organu państwa członkowskiego, w którym udostępniana jest dokumentacja produktu, o weryfikację, czy dokumentacja produktu spełnia wymogi, o których mowa w art. 11 ust. 2, i czy informacje	N	Art. 21	Art. 21. 1. Organem właściwym, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny. 2. Główny Inspektor Sanitarny może polecić państwowemu wojewódzkiemu, powiatowemu lub granicznemu inspektorowi sanitarnemu przeprowadzenie postępowania wyjaśniającego w zakresie, o którym mowa w art. 24, art. 27 i art. 30	Będzie to Główny Inspektor Sanitarny.

TABELA ZGODNOŚCI

	w niej zawarte dowodzą, że dany produkt kosmetyczny jest bezpieczny. Właściwy organ, który zwraca się o takie informacje, przedstawi uzasadnienie swojego wniosku. W odpowiedzi na taki wniosek właściwy organ, który otrzymał wniosek, bez zbędnej zwłoki i w zależności od stopnia pilności przeprowadzi weryfikację i poinformuje właściwy organ, który złożył wniosek, o jej wynikach.			rozporządzenia nr 1223/2009, dotyczącym współpracy między właściwymi organami państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym.	
Art. 31	1. Jeżeli stosowanie określonych substancji w produktach kosmetycznych stanowi potencjalne ryzyko dla zdrowia ludzi, któremu należy zaradzić na poziomie Wspólnoty, Komisja może, po skonsultowaniu się z SCCS, odpowiednio zmienić załączniki II-VI. Środki te, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3. W sytuacjach wymagających pilnego rozpatrzenia Komisja może zastosować procedurę nadzwyczajną, o której mowa	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	w art. 32 ust. 4. 2. Komisja może, po skonsultowaniu się z SCCS, zmienić załączniki III-VI i VIII w celu dostosowania ich do postępu technicznego i naukowego. Środki te, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3. 3. Jeżeli Komisja uzna to za konieczne, może po konsultacji z SCCS zmienić załącznik I, aby zapewnić bezpieczeństwo wprowadzanych do obrotu produktów kosmetycznych. Środki te, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3.				
Art. 32	1. Komisja jest wspomagana przez Stały Komitet ds. Produktów Kosmetycznych. 2. W przypadku odesłań do niniejszego ustępu, stosuje się art. 5 i 7 decyzji 1999/468/WE, z uwzględnieniem przepisów jej art. 8.	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	Okres ustanowiony w art. 5 ust. 6 decyzji 1999/468/WE ustala się na trzy miesiące. 3. W wypadku odesłań do niniejszego ustępu stosuje się art. 5a ust 1-4 i art. 7 decyzji 1999/468/WE, z uwzględnieniem przepisów jej art. 8. 4. W wypadku odesłań do niniejszego ustępu, stosuje się art. 5a ust 1, 2, 4 i 6 oraz art. 7 decyzji 1999/468/WE, z uwzględnieniem przepisów jej art. 8.				
Art. 33	Komisja opracowuje i aktualizuje słownik wspólnych nazw składników. W tym celu Komisja uwzględnia uznane międzynarodowe nazewnictwo, w tym międzynarodowe nazewnictwo składników kosmetycznych (INCI). Słownik ten nie stanowi wykazu substancji dozwolonych do stosowania w kosmetykach. Wspólna nazwa składnika ma zastosowanie do celu oznakowania produktów kosmetycznych wprowadzanych do obrotu najpóźniej po dwunastu miesiącach od opublikowania słownika w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej.	N			

TABELA ZGODNOŚCI

Art. 34	1. Państwa członkowskie wyznaczają swoje właściwe organy krajowe. 2. Państwa członkowskie przekazują Komisji szczegółowe dane dotyczące organów, o których mowa w ust. 1, oraz ośrodków kontroli zatruć i podobnych jednostek, o których mowa w art. 13 ust. 6. W razie potrzeby przekazują zaktualizowaną wersję tych danych. 3. Komisja sporządza i aktualizuje wykaz organów i jednostek, o których mowa w ust. 2, i udostępnia go do wiadomości publicznej.	N	Art. 14 i art. 18 ust. 1	Art. 14. Nadzór nad przestrzeganiem przepisów ustawy oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009 sprawują w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa. Art. 18. 1. Dostęp do informacji o produkcie kosmetycznym, o których mowa w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009, udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 6 tego rozporządzenia, zapewnia lekarzom i lekarzom dentystom w celu prowadzenia leczenia ośrodek uprawniony do dostępu do tych informacji, zwany dalej „ośrodkiem”.	Proponuje się, aby nadzór nad przestrzeganiem przepisów projektowanej ustawy o produktach kosmetycznych oraz przepisów rozporządzenia nr 1223/2009, sprawowały – w zakresie swoich kompetencji Państwowa Inspekcja Sanitarna oraz Inspekcja Handlowa (art. 14 projektu ustawy). Ponadto zaproponowano, aby minister właściwy do spraw zdrowia określił, w drodze rozporządzenia, ośrodek uprawniony do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia nr 1223/2009, mając na względzie konieczność zapewnienia właściwego leczenia, o której mowa w art. 13 ust. 6 rozporządzenia nr 1223/2009. Zadaniem ośrodka będzie zapewnienie dostępu do informacji o produkcie kosmetycznym udostępnianych przez Komisję Europejską
----------------	--	----------	---------------------------------	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					zgodnie z art. 13 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, niezbędnych w razie konieczności podjęcia właściwego leczenia. Zaproponowano, aby ośrodek spełniał następujące kryteria: udzielał konsultacji toksykologicznych pracownikom służby zdrowia, analizował przyczyny zatruc, posiadał dostęp do baz naukowych dotyczących właściwości toksykologicznych substancji oraz posiadał telefoniczne i elektroniczne środki komunikacji alarmowej (art. 18 projektu ustawy).
Art. 35	Komisja składa corocznie sprawozdanie Parlamentowi Europejskiemu i Radzie na temat: 1) postępu dokonanego w zakresie opracowania, uznania i akceptacji prawnej metod alternatywnych. Sprawozdanie to zawiera dokładne dane na temat liczby i rodzaju doświadczeń przeprowadzonych na zwierzętach, związanych z produktami kosmetycznymi.	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	Państwa członkowskie są zobowiązane do zbierania takich informacji niezależnie od danych wymaganych przez dyrektywę 86/609/EWG. Komisja zapewnia w szczególności opracowanie, uznanie i prawne przyjęcie metod alternatywnych, w których nie są wykorzystywane żywe zwierzęta; 2) postępu dokonanego w staraniach Komisji o uzyskanie akceptacji OECD dla metod alternatywnych zatwierdzonych na poziomie wspólnotowym oraz uznanie przez kraje trzecie wyników testów bezpieczeństwa przeprowadzonych we Wspólnocie przy użyciu metod alternatywnych, w szczególności w ramach umów o współpracy między Wspólnotą a tymi państwami; 3) sposobu uwzględniania w tym zakresie szczególnych potrzeb małych i średnich przedsiębiorstw.				
Art. 36	1. Jeżeli państwo członkowskie lub Komisja uważa, że norma zharmonizowana nie odpowiada w pełni wymogom określonym w odpowiednich przepisach niniejszego rozporządzenia, Komisja lub państwo członkowskie przedstawia	N	Art. 23	Art. 23. Organem właściwym do wniesienia sprzeciwu wobec normy zharmonizowanej, o którym mowa w art. 36 rozporządzenia nr 1223/2009, jest Główny Inspektor Sanitarny.	Ponieważ art. 36 rozporządzenia 1223/2009 daje państwom członkowskim możliwość wyrażenia sprzeciwu wobec normy zharmonizowanych, w projekcie zaproponowano,

TABELA ZGODNOŚCI

	sprawę komitetowi ustanowionemu na podstawie art. 5 dyrektywy 98/34/WE, podając swoje uzasadnienie. Komitet niezwłocznie przedstawia swoją opinię. 2. W świetle opinii komitetu Komisja podejmuje decyzję, czy opublikować odniesienia do danej normy zharmonizowanej w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej, nie opublikować ich, opublikować je z zastrzeżeniami, utrzymać, utrzymać z zastrzeżeniami lub wycofać. 3. Komisja informuje o decyzji państwa członkowskie i odpowiedni europejski organ normalizacyjny. W razie potrzeby wnosi ona o przegląd danej normy zharmonizowanej.				aby organem formalnie wnoszącym taki sprzeciw był Główny Inspektor Sanitarny (art. 23 projektu ustawy).
Art. 37	Państwa członkowskie ustanawiają przepisy dotyczące sankcji mających zastosowanie w wypadku naruszenia przepisów niniejszego rozporządzenia i podejmują wszelkie niezbędne środki, aby zapewnić ich wykonanie. Przewidziane sankcje powinny być skuteczne, proporcjonalne i odstraszające. Państwa członkowskie powiadamiają o	T	art. 27-47	Art. 27. 1. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez zachowania zasad dobrej praktyki produkcji, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. 2. Tej samej karze podlega osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia, że produkt kosmetyczny jest wytwarzany z zachowaniem zasad dobrej praktyki produkcji. Art. 28. Kto wbrew obowiązkowi określonymu w art. 5 nie wskazał osoby	Zgodnie z art. 37 rozporządzenia nr 1223/2009 państwa członkowskie ustanowią przepisy dotyczące sankcji, które będą miały zastosowanie w przypadku naruszenia przepisów ww. rozporządzenia. Przewidywane sankcje powinny być skuteczne, proporcjonalne i

TABELA ZGODNOŚCI

	tych przepisach Komisję do 11 lipca 2013 i powiadamiają ją niezwłocznie o wszelkich późniejszych zmianach tych przepisów.		odpowiedzialnej, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. Art. 29. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów dotyczących oceny bezpieczeństwa, o której mowa w art. 10 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł. Art. 30. Kto nie wykonuje obowiązków określonych w art. 5 ust. 2 i 3 oraz art. 6 ust. 3–5 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. Art. 31. Kto nie spełnienia wymogu dotyczącego okresu przechowywania dokumentacji produktu, o którym mowa w art. 11 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł. Art. 32. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów dotyczących dokumentacji produktu, o których mowa w art. 11 ust. 2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł. Art. 33. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez pobierania próbek i wykonywania analiz w rzetelny i odtwarzalny sposób, o których mowa w art. 12 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości	odstraszające, a zarazem nie odbiegające wysokością od innych podobnych obecnie stosowanych, proponuje się zatem aby: 1) wytwarzanie produktu kosmetycznego bez zachowania zasad dobrej praktyki produkcji, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł (art. 27 projektu ustawy). Tej samej karze podlegałoby nie wskazanie przez wytwórcę osoby odpowiedzialnej, na rzecz której wytwarza produkt kosmetyczny(art. 28 projektu ustawy); 2) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów dotyczących oceny bezpieczeństwa, o której mowa w art. 10 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000
--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

			do 10 000 zł. Art. 34. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 i art. 16 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 35 000 zł. 2. Tej samej karze podlega dystrybutor, który udostępnia produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 ust. 3 i 4 rozporządzenia nr 1223/2009. Art. 35. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny z naruszeniem ograniczeń dotyczących substancji, o których mowa w art. 14, art. 15 i art. 17 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł. Art. 36. Kto wprowadza do obrotu produkt kosmetyczny z naruszeniem zakazów w zakresie testów na zwierzętach, o których mowa w art. 18 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł. Art. 37. Kto wbrew zakazom wynikającym z art. 18 rozporządzenia nr 1223/2009 przeprowadza testy na zwierzętach podlega karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.	3) zł (art. 29 projektu ustawy); niewykonywanie obowiązków określonych w art. 5 ust 2 i 3 oraz art. 6 ust. 3-5 rozporządzenia nr 1223/2009 podlegało karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł (art. 30 projektu ustawy); 4) niespełnienie wymogów dotyczących okresu przechowywania dokumentacji produktu, o którym mowa w art. 11 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 30 000 zł (art. 31 projektu ustawy); 5) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów dotyczących dokumentacji produktu, o których mowa w art. 11 ust.
--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

			Art. 38. 1. Kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 70 000 zł. 2. Tej samej karze podlega, kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów określonych w art. 4. Art. 39. Kto udostępnia na rynku produkt kosmetyczny bez spełnienia wymogów związanych z oświadczeniami o produkcie, o których mowa w art. 20 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł. Art. 40. Osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia publicznego dostępu do informacji, o którym mowa w art. 21 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł. Art. 41. Osoba odpowiedzialna lub dystrybutor, którzy nie dopełniają obowiązku informowania o ciężkim działaniu niepożądanym, o którym mowa w art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegają karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł.	2–4 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 32 projektu ustawy); 5) wytwarzanie produktu kosmetycznego bez pobierania próbek i wykonywania analiz w rzetelny i odtwarzalny sposób, o których mowa w art. 12 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 33 projektu ustawy); 6) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 i art. 16 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 35 000 zł. Tej samej karze podlega dystrybutor, który udostępnia produkt kosmetyczny
--	--	--	---	---

TABELA ZGODNOŚCI

				Art. 42. Osoba odpowiedzialna, która nie przedstawi informacji żądanych na podstawie art. 24 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł. Art. 43. Kto wprowadza do obrotu lub udostępnia na rynku produkt kosmetyczny po upływie daty minimalnej trwałości, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.. Art. 44. Osoba odpowiedzialna, która nie dopełnia obowiązków, o których mowa w art. 25 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł. Art. 45. 1. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez złożenia wniosku, o którym mowa w art. 6 ust. 1, albo po bezskutecznym upływie terminu określonego w art. 6 ust. 4, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. 2. Tej samej karze podlega, kto narusza obowiązek, o którym mowa w art. 6 ust. 7. Art. 46. Kto nie dopełnienia obowiązku wynikającego z konieczności zapewnienia identyfikacji w łańcuchu dostaw, o którym mowa w art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.	7) bez spełnienia wymogów w zakresie zgłoszeń, o których mowa w art. 13 ust. 3 i 4 rozporządzenia nr 1223/2009 (art. 34 projektu ustawy); wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego z naruszeniem ograniczeń dotyczących substancji, o których mowa w art. 14, art. 15 i art. 17 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 35 projektu ustawy); 8) wprowadzanie do obrotu produktu kosmetycznego z naruszeniem z naruszeniem zakazów w zakresie testów na zwierzętach, o których mowa w art. 18 rozporządzenia nr 1223/2009, podlegało karze pieniężnej w wysokości do 30 000
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

				Art. 47. Osoba odpowiedzialna, która nie dopełnia obowiązku określonego w art. 3, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł.	zł oraz przeprowadzanie testów na zwierzętach podlegało karze pieniężnej w wysokości do 100 000 zł (art. 36 i art. 37 projektu ustawy); 9) wprowadzanie do obrotu lub udostępnianie na rynku produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów w zakresie oznakowania, o których mowa w art. 19 rozporządzenia nr 1223/2009 lub określonych w art. 4 ustawy podlegało karze pieniężnej w wysokości do 70 000 zł (art. 38 projektu ustawy); 10) udostępnianie na rynku produktu kosmetycznego bez spełnienia wymogów związanych z oświadczeniami o produkcie, o których mowa w art. 20 rozporządzenia nr 1223/2009,
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					podlegało karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł (art. 39 projektu ustawy). Ponadto przewidziano, że osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia publicznego dostępu do informacji, o którym mowa w art. 21 rozporządzenia nr 1223/2009, będzie podlegała karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 40 projektu ustawy). Osoba odpowiedzialna oraz dystrybutor, którzy nie dopełnią obowiązku informowania o ciężkim działaniu niepożądanym, o którym mowa w art. 23 rozporządzenia nr 1223/2009, będą polegali karze pieniężnej w wysokości 100 000 zł (art. 41 projektu ustawy). Osoba odpowiedzialna,
--	--	--	--	--	--

TABELA ZGODNOŚCI

					która nie przedstawi informacji żądanych na podstawie art. 24 rozporządzenia nr 1223/2009 rozporządzenia nr 1223/2009, będzie podlegała karze pieniężnej w wysokości do 20 000 zł (art. 42 projektu ustawy). Sankcją w postaci kary pieniężnej w wysokości do 50 000 zł zostanie również objęta czynność wprowadzania do obrotu lub udostępniania na rynku produktu kosmetycznego po upływie daty minimalnej trwałości (art. 43 projektu ustawy). Osoba odpowiedzialna, która nie dopełni obowiązków, o których mowa w art. 25 ust. 3 rozporządzenia nr 1223/2009, podlega karze pieniężnej w wysokości do 20 000
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					zł (art. 44 projektu ustawy). Ponadto proponuje się, aby niedopełnienie obowiązków wynikających z obowiązku rejestracji zakładów podlegało karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł (art. 45 projektu ustawy). Proponuje się również, aby niedopełnienie obowiązku wynikającego z konieczności zapewnienia identyfikacji w łańcuchu dostaw (art. 7 rozporządzenia nr 1223/2009), podlegało karze pieniężnej w wysokości do 10 000 zł (art. 46 projektu ustawy). Osoba odpowiedzialna, która nie dopełni obowiązku określonego w art. 3 projektu ustawy, podlega karze pieniężnej w wysokości do 10 000
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					zł (art. 47 projektu ustawy). Kary pieniężne, o których mowa w art. 27-47 będą nakładane w drodze decyzji, przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego, dodatkowo kary pieniężne, o których mowa w art. 30, art. 38, art. 39, art. 43 i art. 46 będą nakładane przez wojewódzkiego inspektora Inspekcji Handlowej. Wpływy z kar pieniężnych stanowią dochód budżetu państwa. Ustalając wysokość kary pieniężnej, właściwy państwowy powiatowy inspektor sanitarny uwzględnia przepisy art. 189d ustawy z dnia 14 czerwca 1960 r. – Kodeks postępowania administracyjnego (Dz. U. z 2017 r. poz. 1257). Zgodnie z tym przepisem wymierzając
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					administracyjną karę pieniężną, organ administracji publicznej bierze pod uwagę: 1) wagę i okoliczności naruszenia prawa, w szczegółowości potrzebę ochrony życia lub zdrowia, ochrony mienia w znacznych rozmiarach lub ochrony ważnego interesu publicznego lub wyjątkowo ważnego interesu strony oraz czas trwania tego naruszenia; 2) częstotliwość niedopełniania w przeszłości obowiązku albo naruszania zakazu tego samego rodzaju co niedopełnienie obowiązku albo naruszenie zakazu, w następstwie którego ma być nałożona kara; 3) uprzednie ukaranie za to samo zachowanie za przestępstwo, przestępstwo skarbowe,
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					wykroczenie lub wykroczenie skarbowe; 4) stopień przyczynienia się strony, na którą jest nakładana administracyjna kara pieniężna, do powstania naruszenia prawa; 5) działania podjęte przez stronę dobrowolnie w celu uniknięcia skutków naruszenia prawa; 6) wysokość korzyści, którą strona osiągnęła, lub straty, której uniknęła; 7) w przypadku osoby fizycznej – warunki osobiste strony, na którą administracyjna kara pieniężna jest nakładana. Obecnie obowiązujące w ustawie z dnia 31 marca 2001 r. o kosmetykach przepisy karne nie funkcjonują w praktyce tak skutecznie i efektywnie jak można by tego oczekiwać, dlatego też kary, podlegające reżimowi prawa karnego
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					albo prawa o wykroczeniach proponuje zastąpić się karami pieniężnymi nakładanymi w drodze decyzji administracyjnej. Powyższe działanie jest podyktowane przede wszystkim koniecznością realizacji w praktyce zasady ochrony zdrowia i życia konsumentów. Zasada ta znajduje swoje oparcie w przepisach art. 68 ust. 1, art. 76 czy art. 31 ust. 3 Konstytucji RP, a także jest dopuszczalna przez prawodawstwo Unii Europejskiej. Zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009 sankcje zapewniające realizację jego przepisów powinny być skuteczne, proporcjonalne i odstraszające. Taką gwarancję w obecnym polskim systemie prawa zapewniają jedynie kary administracyjne. Proponowane rozwiązanie jest także w dużym stopniu inspirowane polityką rządu, znajdującą swoje odzwierciedlenie w pracach
--	--	--	--	--	---

TABELA ZGODNOŚCI

					prowadzonych nad projektem założeń do projektu ustawy o zmianie zasad ponoszenia odpowiedzialności za niektóre zachowania stanowiące wykroczenia oraz o zmianie ustawy – Kodeks postępowania w sprawach o wykroczenia. Ponadto należy podnieść, iż w obecnie obowiązujących przepisach dotyczących kar mamy do czynienia z brakiem proporcjonalności i konsekwencji w zakresie wysokości kar oraz problemy z dokonaniem wyboru sposobu określenia wysokości kary. Propozycje zawarte w projekcie ustawy usuwają te wady. Projektowane przepisy wychodzą także naprzeciw ujawnianej przez organy wymierzające kary pieniężne konieczności podwyższenia kar w przypadku, gdy naruszenie dotyczy środków o znacznej wartości.
Art. 38	Dyrektywa 76/768/EWG traci moc z dniem 11 lipca 2013,	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	z wyjątkiem art. 4b, który traci moc z dniem 1 grudnia 2010 r. Odesłania do uchylonej dyrektywy należy traktować jako odesłania do niniejszego rozporządzenia. Niniejsze rozporządzenie nie narusza zobowiązań państw członkowskich dotyczących terminów transpozycji do prawa krajowego dyrektyw określonych w załączniku IX część B. Jednakże właściwe organy nadal udostępniają informacje otrzymane zgodnie z art. 7 ust. 3 i art. 7a ust. 4 dyrektywy 76/768/EWG, a osoby odpowiedzialne w dalszym ciągu przechowują łatwo dostępne informacje zebrane na podstawie art. 7a tej dyrektywy do 11 lipca 2020.				
Art. 39	W drodze odstępstwa od dyrektywy 76/768/EWG produkty kosmetyczne, które są zgodne z niniejszym rozporządzeniem, mogą być wprowadzane na rynek przed 11 lipca 2013. Począwszy od 11 stycznia 2012, w drodze odstępstwa od dyrektywy 76/768/EWG powiadomienie przeprowadzone zgodnie z art. 13 niniejszego rozporządzenia uznaje się za	N			

TABELA ZGODNOŚCI

	zgodne z art. 7 ust. 3 i art. 7a ust. 4 tej dyrektywy.				
Art. 40	1. Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie w dniu [dwudziestego dnia po jego opublikowaniu w Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej] 2. Niniejsze rozporządzenie stosuje się od dnia 11 lipca 2013, z wyjątkiem: — art. 15 ust. 1 i 2, które stosują się od dnia 1 grudnia 2010 r., jak również art. 14, 31 i 32, w stopniu, w jakim są niezbędne do zastosowania art. 15 ust.1 i 2; oraz — art. 16 ust. 3 akapit drugi, który stosuje się od dnia 11 stycznia 2013.	N			
Załączniki		N			

ODWRÓCONA TABELA ZGODNOŚCI

TYTUŁ PROJEKTU	Ustawa o produktach kosmetycznych
TYTUŁ WDRAŻANEGO AKTU PRAWNEGO	Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.)

Jednostka redakcyjna projektu ustawy	Treść przepisu projektu ustawy o produktach kosmetycznych	Uzasadnienie wprowadzenia przepisu
Art. 2 pkt 5, 6, 8, 13 i 14	Art. 2. Ilekroć w ustawie jest mowa o: 5) konfekcjonowaniu – rozumie się przez to wszystkie działania łącznie z napełnianiem i etykietowaniem, które masa produktu musi przejść w celu przekształcenia się w produkt gotowy; 6) masie produktu – rozumie się przez to produkt kosmetyczny, który przeszedł przez fazy wytwarzania do etapu końcowego konfekcjonowania, jednak z wyłączeniem tego etapu; 8) produkcie gotowym – rozumie się przez to produkt kosmetyczny, który przeszedł wszystkie etapy produkcji łącznie z konfekcjonowaniem, w celu wysyłki; 13) wytwarzaniu produktu kosmetycznego –	Wprowadzenie definicji jest niezbędne w celu doprecyzowania przepisów odnoszących się do wytwarzania produktów kosmetycznych.

	rozumie się przez to działania prowadzące do otrzymania produktu gotowego, w tym konfekcjonowanie, nawet gdy nie odbywa się ono w tym samym miejscu co wytworzenie masy produktu; 14) wytwórcy – rozumie się przez to osobę fizyczną, osobę prawną lub jednostkę organizacyjną nieposiadającą osobowości prawnej, która wytwarza produkt kosmetyczny.	
Art. 5, art. 6 i art. 7	Art. 5. Jeżeli wytwórca nie jest osobą odpowiedzialną, jest obowiązany do wskazania osoby odpowiedzialnej organom, o których mowa w art. 14. Art. 6. 1. Wtwórca jest obowiązany do złożenia wniosku o wpis zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne do wykazu tych zakładów, zwanego dalej „wykazem zakładów”. 2. Wykaz zakładów prowadzi państwowy powiatowy inspektor sanitarny właściwy ze względu na siedzibę zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne. 3. Wykaz zakładów służy monitorowaniu przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji zgodnie z art. 22 rozporządzenia nr 1223/2009 i nie jest udostępniany w trybie ustawy z dnia 6 września 2001 r. o dostępie do informacji publicznej (Dz. U. z 2016 r. poz. 1764 oraz z 2017 r. poz. 933). 4. Wtwórca składa wniosek o wpis do wykazu zakładów, w postaci papierowej albo elektronicznej, w terminie 30 dni od dnia	W przypadku gdy wytwórca nie jest osobą odpowiedzialną, jest obowiązany do wskazania organom nadzoru osoby odpowiedzialnej, na rzecz której wytwarza produkt kosmetyczny (art. 5 projektu ustawy). W celu zapewnienia realizacji przepisów art. 22 rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”, nakładającego na państwa członkowskie obowiązek monitorowania przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji produktów kosmetycznych w projekcie zaproponowano wprowadzenie wykazu zakładów, w których są wytwarzane produkty kosmetyczne. W tym celu proponuje się nałożenie na wytwórcę produktu kosmetycznego obowiązku złożenia do właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego wniosku o wpis do wykazu zakładów, w terminie 30 dni od dnia rozpoczęcia działalności, w postaci papierowej albo elektronicznej. Wniosek taki powinien zawierać imię, nazwisko albo

	rozpoczęcia prowadzenia działalności w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne. 5. Wniosek o wpis do wykazu zakładów zawiera: 1) imię, nazwisko albo nazwę (firmę) i adres wytwórcy; 2) nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne; 3) określenie rodzaju i zakresu działalności, która ma być prowadzona w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne. 6. Wytwórca wydaje się zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów, które zawiera datę wpisu do tego wykazu oraz nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne. 7. W przypadku zmiany danych, o których mowa w ust. 5, wytwórca składa wniosek o dokonanie zmian w wykazie zakładów, w postaci papierowej albo elektronicznej, w terminie 30 dni od dnia zaistnienia zmiany. Wniosek zawiera wskazanie danych, o których mowa w ust. 5, które uległy zmianie. 8. Wykreślenie z wykazu zakładów następuje na podstawie: 1) złożonego przez wytwórcę, w postaci papierowej albo elektronicznej, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów, który zawiera dane, o których mowa w ust. 5; 2) decyzji właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego, jeżeli wytwórca zaprzestał prowadzenia działalności objętej wpisem i nie złożył wniosku, o którym	nazwę (firmę) i adres wytwórcy, nazwę i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne oraz określenie rodzaju i zakresu działalności, która ma być prowadzona w tym zakładzie. Wytwórca będzie otrzymywał zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów. Ponadto należy dodać, że w przypadku zmiany powyższych danych wytwórca będzie składał w postaci papierowej albo elektronicznej wniosek o dokonanie zmian w wykazie zakładów, w terminie 30 dni od dnia zaistnienia zmiany. Należy zapewnić, aby dane zawarte w wykazie zakładów były aktualne, zatem wykaz będzie podlegał aktualizacji przez zapewnienie wytwórcy możliwości wykreślenia z wykazu zakładów na podstawie jego wniosku. Ponadto właściwy państwowy powiatowy inspektor sanitarny będzie mógł wydać decyzję wykreślającą zakład, jeżeli wytwórca zaprzestał prowadzenia działalności objętej wpisem a wytwórca nie złożył wniosku o wykreślenie. Na podstawie otrzymanych wniosków będzie prowadzony przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego wykaz zakładów. W związku z powyższym proponuje się, aby wykaz zakładów zawierał następujące dane przekazane we wniosku o wpis do rejestru zakładów oraz: 1) datę wpisu do wykazu; 2) informacje o przeprowadzonych przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego urzędowych kontrolach zakładu; 3) informacje o zmianie danych lub wykreśleniu zakładu z wykazu zakładów (art. 6 ust. 1 projektu ustawy). Uwzględniając konieczność zachowania
--	---	---

	mowa w pkt 1. Art. 7. 1. Wykaz zakładów zawiera dane, o których mowa w art. 6 ust. 5, oraz: 1) datę wpisu do wykazu zakładów; 2) informacje o przeprowadzonych przez właściwego państwowego powiatowego inspektora sanitarnego urzędowych kontrolach zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne; 3) informacje o zmianie danych, o których mowa w art. 6 ust. 5, lub wykreśleniu zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne z wykazu zakładów. 2. Minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, wzory: 1) wniosku o wpis do wykazu zakładów, 2) wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów, 3) wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów, 4) zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów – uwzględniając zakres danych zawartych w wykazie zakładów oraz zapewnienie jednolitości wydawanych zaświadczeń.	transparentności oraz ułatwienia prowadzenia działalności w zakresie wytwarzania produktów kosmetycznych przewidziano, że minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, wzory: wniosku o wpis zakładu do wykazu zakładów, wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów oraz wzoru zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów. Posiadanie przez organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej aktualnych informacji odnośnie do lokalizacji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne pozwoli na sprawny nadzór nad warunkami ich wytwarzania, co przekłada się na bezpieczeństwo zdrowia konsumentów. Projektowane przepisy wynikają również z faktu, że siedziba osoby odpowiedzialnej nie zawsze jest miejscem wytwarzania produktu kosmetycznego. Projektowane przepisy umożliwiają również nadzór na zakładami wytwórczymi w przypadku wytwarzania produktu kosmetycznego na zlecenie, w szczególności mając na uwadze zawartą w art. 2 rozporządzenia nr 1223/2009 definicję producenta, którym jest również osoba fizyczna lub prawna, która zleca (...) wytworzenie produktu. Należy zauważyć, że wytwarzanie produktów kosmetycznych na zlecenie jest występującą praktyką rynkową. Co więcej w art. 11 rozporządzenia nr 1223/2009 w ust. 2 lit. c wskazano jedynie, że w dokumentacji produktu znajduje się opis metod produkcji i oświadczenie o zgodności z dobrą praktyką produkcji. Rozporządzenie nr 1223/2009 nie odnosi się w tym i żadnym innym przepisie do konieczności informowania o miejscu wytwarzania produktu
--	---	--

		kosmetycznego. Jednocześnie informacje dotyczące zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne będą wykorzystywane jedynie w ramach nadzoru, nie przewiduje się aby były dostępne publicznie.
Art. 27 i art. 28	Art. 27. 1. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez zachowania zasad dobrej praktyki produkcji, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. 2. Tej samej karze podlega osoba odpowiedzialna, która nie zapewnia, że produkt kosmetyczny jest wytwarzany z zachowaniem zasad dobrej praktyki produkcji. Art. 28. Kto wbrew obowiązkowi określone w art. 5 nie wskazał osoby odpowiedzialnej, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł.	Wydanie przepisów o karach pieniężnych jest konieczne dla zapewnienia organom nadzoru możliwości egzekwowania przepisów ustawy.
Art. 45	Art. 45. 1. Kto wytwarza produkt kosmetyczny bez złożenia wniosku, o którym mowa w art. 6 ust. 1, albo po bezskutecznym upływie terminu określonego w art. 6 ust. 4, podlega karze pieniężnej w wysokości do 50 000 zł. 2. Tej samej karze podlega, kto narusza obowiązek, o którym mowa w art. 6 ust. 7.	Wydanie przepisów o karach pieniężnych jest konieczne dla zapewnienia organom nadzoru możliwości egzekwowania przepisów ustawy.

ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ZDROWIA¹⁾

z dnia

**w sprawie określenia wzorów wniosków oraz zaświadczenia związanych z wykazem
zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne**

Na podstawie art. 7 ust. 2 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) zarządza się, co następuje:

§ 1. Rozporządzenie określa:

- 1) wzór wniosku o wpis do wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne – stanowiący załącznik nr 1 do rozporządzenia;
- 2) wzór wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne – stanowiący załącznik nr 2 do rozporządzenia;
- 3) wzór wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne – stanowiący załącznik nr 3 do rozporządzenia;
- 4) wzór zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne – stanowiący załącznik nr 4 do rozporządzenia.

§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

MINISTER ZDROWIA

¹⁾ Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej – zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 10 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. poz. 95).

Załączniki
do rozporządzenia
Ministra Zdrowia
z dnia ... (poz. ...)

Załącznik nr 1

Wzór

Wniosek o wpis do wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne

Państwowy Powiatowy Inspektor Sanitarny w

.....
imię, nazwisko albo nazwa (firma) i adres wytwórcy

Na podstawie art. ... ust. ... ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...)

zgłaszam następujący zakład wytwarzający produkty kosmetyczne

.....
nazwa i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne

W zakładzie będzie prowadzona działalność polegająca na

.....
rodzaj i zakres działalności, która ma być prowadzona w zakładzie wytwarzającym produkty kosmetyczne

.....
data

.....
podpis

Wypełnia Państwowy Powiatowy Inspektor Sanitarny

Data	Numer w wykazie zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne

Wzór

**Wniosek o dokonanie zmian w wykazie zakładów wytwarzających produkty
kosmetyczne**

Państwowy Powiatowy Inspektor Sanitarny w

.....
imię, nazwisko albo nazwa (firma) i adres wytwórcy

Na podstawie art. ... ust. ... ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...)

zgłaszam następujące zmiany W
zakres zmian

.....
nazwa i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne

.....
data

.....
podpis

Wypełnia Państwowy Powiatowy Inspektor Sanitarny

Data	Numer w wykazie zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne

Wzór

Wniosek o wykreślenie z wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne

Państwowy Powiatowy Inspektor Sanitarny w

.....
imię, nazwisko albo nazwa (firma) i adres wytwórcy

Na podstawie art. ... ust. ... ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...)

zgłaszam wniosek o wykreślenie
nazwa i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne

z rejestru zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne.

.....
data

.....
podpis

Wypełnia Państwowy Powiatowy Inspektor Sanitarny

Data	Numer w wykazie zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne

Wzór

**Zaświadczenie o wpisie do wykazu zakładów wytwarzających produkty
kosmetyczne**

.....
imię, nazwisko albo nazwa (firma) i adres wytwórcy

Na podstawie art. ... ust. ... ustawy z dniao produktach kosmetycznych
(Dz. U. poz. ...) zaświadczam, że następujący zakład wytwarzający produkty kosmetyczne

.....
nazwa i adres zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne

został w dniuwpisany do rejestru zakładów wytwarzających produkty
kosmetyczne pod numerem

.....
data

.....
podpis
Państwowego Powiatowego
Inspektora Sanitarnego

UZASADNIENIE

Projekt rozporządzenia stanowi wykonanie upoważnienia ustawowego zawartego w art. 7 ust. 2 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...).

Uwzględniając konieczność zachowania transparentności oraz ułatwienia prowadzenia działalności w zakresie wytwarzania produktów kosmetycznych przewidziano, że minister właściwy do spraw zdrowia określi, w drodze rozporządzenia, wzory: wniosku o wpis zakładu do wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne, wniosku o dokonanie zmian w wykazie zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne, wniosku o wykreślenie z wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne oraz wzoru zaświadczenia o wpisie do wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne. Posiadanie przez organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej aktualnych informacji odnośnie lokalizacji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne pozwoli na sprawny nadzór nad warunkami ich wytwarzania, co przekłada się na bezpieczeństwo zdrowia konsumentów. Projektowane przepisy wynikają również z faktu, że siedziba osoby odpowiedzialnej nie zawsze jest miejscem wytwarzania produktu kosmetycznego. Projektowane przepisy umożliwiają również nadzór na zakładami wytwarzającymi produkty kosmetyczne w przypadku wytwarzania produktu kosmetycznego na zlecenie, w szczególności mając na uwadze zawartą w art. 2 rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.) definicję producenta, którym jest również osoba fizyczna lub prawna, która zleca (..) wytworzenie produktu. Należy zauważyć, że wytwarzanie produktów kosmetycznych na zlecenie jest występującą praktyką rynkową. Co więcej w art. 11 w ust. 2 lit. c ww. rozporządzenia wskazano jedynie, że w dokumentacji produktu znajduje się opis metod produkcji i oświadczenie o zgodności z dobrą praktyką produkcji. Rozporządzenie to nie odnosi się w tym i żadnym innym przepisie do konieczności informowania o miejscu wytwarzania produktu kosmetycznego. Jednocześnie informacje dotyczące zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne będą wykorzystywane jedynie w ramach nadzoru, nie przewiduje się aby były dostępne publicznie.

Projektowane regulacje wejdą w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

Projekt rozporządzenia nie będzie miał wpływu na sektor mikro, małych i średnich przedsiębiorstw.

Projekt rozporządzenia nie jest objęty prawem Unii Europejskiej.

Projekt regulacji nie wymaga notyfikacji w rozumieniu przepisów rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597).

Projekt rozporządzenia nie wymaga przedstawienia właściwym organom i instytucjom Unii Europejskiej, w tym Europejskiemu Bankowi Centralnemu, w celu uzyskania opinii, dokonania powiadomienia, konsultacji albo uzgodnienia.

Wskazać również należy, że nie istnieje możliwość podjęcia alternatywnych w stosunku do wydania projektowanego rozporządzenia środków umożliwiających osiągnięcie zamierzonego celu.

Nazwa projektu Projekt rozporządzenia Ministra Zdrowia w sprawie określenia wzorów wniosków oraz zaświadczenia związanych z wykazem zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne Ministerstwo wiodące i ministerstwa współpracujące Ministerstwo Zdrowia/Główny Inspektorat Sanitarny Osoba odpowiedzialna za projekt w randze Ministra, Sekretarza Stanu lub Podsekretarza Stanu Marek Posobkiewicz, Główny Inspektor Sanitarny Kontakt do opiekuna merytorycznego projektu Główny Inspektorat Sanitarny, tel. 22 536 ... e-mail:@gis.gov.pl	Data sporządzenia 14.03.2018 r. Źródło: Art. 7 ust. 2 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) Nr w wykazie prac Ministra Zdrowia: MZ ...
---	---

OCENA SKUTKÓW REGULACJI

1. Jaki problem jest rozwiązywany?

Celem niniejszego projektu rozporządzenia jest rozwiązanie problemu związanego z koniecznością monitorowania przez państwa członkowskie Unii Europejskiej przestrzegania zasad dobrej praktyki produkcji kosmetyków.

2. Rekomendowane rozwiązanie, w tym planowane narzędzia interwencji, i oczekiwany efekt

W ustawie z dniao produktach kosmetycznych przewidziano wprowadzenie obowiązku rejestracji zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne. Oczekuje się, że rejestracja zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne przyczyni się do wzrostu efektywności nadzoru nad tym obszarem.

3. Jak problem został rozwiązany w innych krajach, w szczególności krajach członkowskich OECD/UE?

Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.) pozostawia państwom członkowskim Unii Europejskiej swobodę w określaniu sposobu realizacji jego celów. Biorąc pod uwagę powyższe nie przeprowadzono analizy rozwiązań przyjętych w innych państwach członkowskich, ponieważ rozwiązania przyjęte przez inne kraje zależą od ich specyfiki np. organizacji nadzoru nad rynkiem.

4. Podmioty, na które oddziałuje projekt

Grupa	Wielkość	Źródło danych	Oddziaływanie
Wytwórcy produktów kosmetycznych	W 2014 r. organy nadzoru wykazały, że w ewidencji ujętych jest 3670 obiektów (produkcja, konfekcjonowanie produktów kosmetycznych oraz obrót – hurtownie i sklepy)	MZ-48 za 2014 r.	Konieczność zarejestrowania zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne
Organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej			Aktualizacja prowadzonych spisów, większa efektywność nadzoru

5. Informacje na temat zakresu, czasu trwania i podsumowanie wyników konsultacji

Nie były prowadzone prekonsultacje publiczne projektu rozporządzenia.

Projekt rozporządzenia w ramach konsultacji publicznych zostanie przekazany, z ...-dniowym terminem na zgłaszanie uwag, do następujących podmiotów:

- 1) Sekretariatu Ochrony Zdrowia KK NSZZ „Solidarność”;
- 2) KK NZZ „Solidarność 80”;
- 3) Ogólnopolskiego Porozumienia Związków Zawodowych;
- 4) Forum Związków Zawodowych;
- 5) Polskiego Związku Przemysłu Kosmetycznego;
- 6) Polskiego Towarzystwa Kosmetologów;

- 7) Polskiego Stowarzyszenia Przemysłu Kosmetycznego i Detergentowego;
- 8) Federacji Konsumentów;
- 9) Stowarzyszenia Konsumentów Polskich;
- 10) Polskiego Klubu Ekologicznego;
- 11) Fundacji WWF Polska;
- 12) Polskiej Izby Handlu;
- 13) Konfederacji Lewiatan;
- 14) Pracodawców Rzeczypospolitej Polskiej;
- 15) Związku Przedsiębiorców i Pracodawców;
- 16) Business Center Club;
- 17) Związku Rzemiosła Polskiego;
- 18) Polskiej Organizacji Handlu i Dystrybucji;
- 19) Naczelnej Rady Aptekarskiej;
- 20) Naczelnej Rady Lekarskiej;
- 21) Naczelnej Rady Pielęgniarek i Położnych;
- 22) Krajowej Rady Diagnostów Laboratoryjnych;
- 23) Krajowej Rady Fizjoterapeutów;
- 24) Rady Dialogu Społecznego;
- 25) Komisji Wspólnej Rządu i Samorządu Terytorialnego.

Wyniki konsultacji publicznych zostaną omówione w raporcie dołączonym do niniejszej Oceny.

Projekt, wraz z przesłaniem do konsultacji publicznych, zostanie opublikowany w Biuletynie Informacji Publicznej Ministerstwa Zdrowia zgodnie z przepisami ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingsowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. z 2017 r. poz. 248) oraz w Biuletynie Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji zgodnie z uchwałą nr 190 Rady Ministrów z dnia 29 października 2013 r. – Regulamin pracy Rady Ministrów (M.P. z 2016 r. poz. 1006, z późn. zm.).

6. Wpływ na sektor finansów publicznych

(ceny stałe z r.)	Skutki w okresie 10 lat od wejścia w życie zmian [tys. zł]											Łącznie (0–10)
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Dochody ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Wydatki ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Saldo ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Źródła finansowania												
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń	Utworzenie wykazu zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne nie będzie się wiązało z wydatkami obciążającymi budżet państwa. Stanowi sformalizowanie już prowadzonych przez organy nadzoru spisów zakładów wytwarzających produkty kosmetyczne. Jednocześnie może wpłynąć korzystnie na planowanie i realizowanie działań nadzorczych.											

7. Wpływ na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym funkcjonowanie przedsiębiorców oraz na rodzinę, obywateli i gospodarstwa domowe

		Skutki						
Czas w latach od wejścia w życie zmian		0	1	2	3	5	10	Łącznie (0-10)
W ujęciu pieniężnym (w mln zł, ceny stałe z r.)	duże przedsiębiorstwa							
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw							
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe							
W ujęciu niepieniężnym	duże przedsiębiorstwa							
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw							
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe							
Niemierzalne								
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń		Nie przewiduje się wzrostu obciążeń dla przedsiębiorców, rejestracji zakładu będzie można dokonać również drogą elektroniczną.						
8. Zmiana obciążeń regulacyjnych (w tym obowiązków informacyjnych) wynikających z projektu								
☐ nie dotyczy								
Wprowadzane są obciążenia poza bezwzględnie wymaganymi przez UE (szczegóły w odwróconej tabeli zgodności).					☐ tak ☒ nie ☐ nie dotyczy			
☐ zmniejszenie liczby dokumentów ☐ zmniejszenie liczby procedur ☐ skrócenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:					☒ zwiększenie liczby dokumentów ☒ zwiększenie liczby procedur ☐ wydłużenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:			
Wprowadzane obciążenia są przystosowane do ich elektroniczacji.					☒ tak ☐ nie ☐ nie dotyczy			
Komentarz: Zgodnie z proponowanymi regulacjami w przypadku podjęcia działalności polegającej na wytwarzaniu produktów kosmetycznych wytwórca będzie zobowiązany do zarejestrowania zakładu wytwarzającego produkty kosmetyczne we właściwej powiatowej stacji sanitarno-epidemiologicznej. W stosunku do dotychczasowych przepisów rejestracja zakładu będzie stanowiła dodatkową procedurę.								
9. Wpływ na rynek pracy								
Regulacja prawna nie będzie miała wpływu na rynek pracy.								
10. Wpływ na pozostałe obszary								
☐ środowisko naturalne ☐ sytuacja i rozwój regionalny ☐ inne:			☐ demografia ☐ mienie państwowe			☐ informatyzacja ☒ zdrowie		
Omówienie wpływu		Poprawa efektywności nadzoru nad warunkami wytwarzania produktów kosmetycznych może mieć ewentualny korzystny wpływ na zdrowie populacji.						
11. Planowane wykonanie przepisów aktu prawnego								
Z dniem wejścia w życie projektowanych przepisów.								
12. W jaki sposób i kiedy nastąpi ewaluacja efektów projektu oraz jakie mierniki zostaną zastosowane?								
Po wejściu w życie przepisów rozporządzenia oceniony zostanie wzrost liczby zakładów znajdujących się pod nadzorem organów w stosunku do ilości z ostatniego roku poprzedzającego wejście w życie.								

13. Załączniki (istotne dokumenty źródłowe, badania, analizy itp.)

Nie dotyczy.

51/04/rch

ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ZDROWIA¹⁾

z dnia

w sprawie powołania ośrodka administrującego Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych

Na podstawie art. 13 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) zarządza się, co następuje:

§ 1. Ośrodkiem administrującym Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych jest

§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

MINISTER ZDROWIA

¹⁾ Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej – zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 10 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. poz. 95).

UZASADNIENIE

Projekt rozporządzenia stanowi wykonanie upoważnienia ustawowego zawartego w art. 13 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...).

Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.), zwane dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”, w art. 23 nakłada obowiązki związane z informowaniem o ciężkim działaniu niepożądanym. W celu monitorowania i realizacji obowiązków informowania Komisji Europejskiej oraz innych państw członkowskich o wystąpieniu ww. działania proponuje się utworzenie rozwiązania systemowego przez powołanie Systemu Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, zwanego dalej „systemem”. W systemie gromadzone byłyby dane o ciężkich działaniach niepożądanych spowodowanych stosowaniem produktów kosmetycznych, zgłoszone zgodnie z przepisami art. 23 ust. 1 rozporządzenia nr 1223/2009. Zadaniem systemu byłyby również weryfikacja otrzymanych danych, w celu stwierdzenia, czy zgłoszenie spełnia kryteria definicji ciężkiego działania niepożądanego. Do organów nadzoru wpływają informacje o różnorodnych działaniach niepożądanych spowodowanych zastosowaniem produktów kosmetycznych (np. wystąpienie uczulenia, wysypki lub podrażnienia). Jednakże nie każdy zgłoszony przypadek jest ciężkim działaniem niepożądanym w myśl przepisów rozporządzenia nr 1223/2009. Przed poinformowaniem Komisji Europejskiej oraz innych państw członkowskich Unii Europejskiej konieczna jest zatem ocena, czy dany przypadek odpowiada definicji ciężkiego działania niepożądanego. Dane dotyczące działań niepożądanych będą zgłaszane do ośrodka administrującego. Ośrodek administrujący będzie dokonywał weryfikacji otrzymanych danych, w celu stwierdzenia, czy zgłoszenie spełnia kryteria definicji ciężkiego działania niepożądanego.

Ośrodek administrujący systemem będzie informował Głównego Inspektora Sanitarnego o zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego, który zgodnie z rozporządzeniem nr 1223/2009, będzie informował właściwe organy państw członkowskich Unii Europejskiej lub państw członkowskich Europejskiego Porozumienia o Wolnym Handlu (EFTA) – stron umowy o Europejskim Obszarze Gospodarczym oraz osobę odpowiedzialną.

Projektowane regulacje wejdą w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

Projekt rozporządzenia nie będzie miał wpływu na sektor mikro, małych i średnich przedsiębiorstw.

Projekt rozporządzenia nie jest objęty prawem Unii Europejskiej.

Projekt regulacji nie wymaga notyfikacji w rozumieniu przepisów rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597).

Projekt rozporządzenia nie wymaga przedstawienia właściwym organom i instytucjom Unii Europejskiej, w tym Europejskiemu Bankowi Centralnemu, w celu uzyskania opinii, dokonania powiadomienia, konsultacji albo uzgodnienia.

Wskazać również należy, że nie istnieje możliwość podjęcia alternatywnych w stosunku do wydania projektowanego rozporządzenia środków umożliwiających osiągnięcie zamierzonego celu.

Nazwa projektu Projekt rozporządzenia Ministra Zdrowia w sprawie powołania ośrodka administrującego Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych Ministerstwo wiodące i ministerstwa współpracujące Ministerstwo Zdrowia/Główny Inspektorat Sanitarny Osoba odpowiedzialna za projekt w randze Ministra, Sekretarza Stanu lub Podsekretarza Stanu Marek Posobkiewicz, Główny Inspektor Sanitarny Kontakt do opiekuna merytorycznego projektu Główny Inspektorat Sanitarny, tel. 22 536 ... e-mail:@gis.gov.pl	Data sporządzenia 14.03.2018 r. Źródło: Art. 13 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) Nr w wykazie prac Ministra Zdrowia: MZ ...
--	---

OCENA SKUTKÓW REGULACJI

1. Jaki problem jest rozwiązywany?

Projektowane rozporządzenie rozwiązuje problem informowania Komisji Europejskiej oraz innych państw członkowskich Unii Europejskiej o zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego spowodowanego stosowaniem produktu kosmetycznego. Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.), zwane dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”, w art. 23 nakłada obowiązki związane z informowaniem o ciężkim niepożądanym działaniu.

2. Rekomendowane rozwiązanie, w tym planowane narzędzia interwencji, i oczekiwany efekt

W ustawie z dniao produktach kosmetycznych przewidziano wydanie przez ministra właściwego do spraw zdrowia rozporządzenia powołującego ośrodek administrujący Systemem Informowania o Ciężkich Działaniach Niepożądanych Spowodowanych Stosowaniem Produktów Kosmetycznych, zwany dalej „ośrodkiem”.

3. Jak problem został rozwiązany w innych krajach, w szczególności krajach członkowskich OECD/UE?

Rozporządzenie nr 1223/2009 pozostawia państwom członkowskim swobodę w określaniu sposobu realizacji jego celów. Biorąc pod uwagę powyższe nie przeprowadzono analizy rozwiązań przyjętych w innych państwach członkowskich, ponieważ rozwiązania przyjęte przez inne kraje zależą od ich specyfiki np. organizacji nadzoru nad rynkiem.

4. Podmioty, na które oddziałuje projekt

Grupa	Wielkość	Źródło danych	Oddziaływanie
Podmioty działające na rynku produktów kosmetycznych – wytwórcy, producenci, wyznaczone osoby odpowiedzialne, importerzy oraz dystrybutorzy	Należy założyć, że wszystkie podmioty działające na rynku produktów kosmetycznych mogą zostać objęte oddziaływaniem ww. projektu. W 2014 r. organy nadzoru wykazały, że w ewidencji ujętych jest 3670 obiektów (produkcja, konfekcjonowanie produktów	MZ-48 za rok 2014 Wyniki wyszukiwania w bazie notyfikacji produktów kosmetycznych (tzw. baza CPNP).	Oddziaływanie projektu rozporządzenia wiązać będzie się z koniecznością poinformowania ośrodka o zaistnieniu ciężkiego działania niepożądanego. W przypadku niedopełnienia tego obowiązku – ewentualnym nałożeniem sankcji.

	kosmetycznych oraz obrót – hurtownie i sklepy) W bazie CPNP znajduje się ok. 1900 firm z Polski, które zarejestrowały produkty kosmetyczne zgodnie z wymaganiami rozporządzenia nr 1223/2009 – rejestracja ta obejmuje osoby odpowiedzialne oraz dystrybutorów.		
Organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej			W przypadku otrzymania informacji dot. ciężkiego działania niepożądanego oddziaływanie projektu rozporządzenia wiązać będzie się z koniecznością przekazania informacji do ośrodka
Konsumenci	Potencjalnie cała populacja		Możliwość przekazania informacji dot. ciężkiego działania niepożądanego
Lekarze i pracownicy służby zdrowia			Możliwość przekazania informacji dot. ciężkiego działania niepożądanego

5. Informacje na temat zakresu, czasu trwania i podsumowanie wyników konsultacji

Nie były prowadzone prekonsultacje publiczne projektu rozporządzenia.

Projekt rozporządzenia w ramach konsultacji publicznych zostanie przekazany, z ...-dniowym terminem na zgłaszanie uwag, do następujących podmiotów:

- 1) Sekretariatu Ochrony Zdrowia KK NSZZ „Solidarność”;
- 2) KK NZZ „Solidarność 80”;
- 3) Ogólnopolskiego Porozumienia Związków Zawodowych;
- 4) Forum Związków Zawodowych;
- 5) Polskiego Związku Przemysłu Kosmetycznego;
- 6) Polskiego Towarzystwa Kosmetologów;
- 7) Polskiego Stowarzyszenia Przemysłu Kosmetycznego i Detergentowego;
- 8) Federacji Konsumentów;
- 9) Stowarzyszenia Konsumentów Polskich;
- 10) Polskiego Klubu Ekologicznego;
- 11) Fundacji WWF Polska;
- 12) Polskiej Izby Handlu;
- 13) Konfederacji Lewiatan;
- 14) Pracodawców Rzeczypospolitej Polskiej;
- 15) Związku Przedsiębiorców i Pracodawców;
- 16) Business Center Club;
- 17) Związku Rzemiosła Polskiego;
- 18) Polskiej Organizacji Handlu i Dystrybucji;
- 19) Naczelnej Rady Aptekarskiej;
- 20) Naczelnej Rady Lekarskiej;

- 21) Naczelnej Rady Pielęgniarek i Położnych;
- 22) Krajowej Rady Diagnostów Laboratoryjnych;
- 23) Rady Dialogu Społecznego;
- 24) Komisji Wspólnej Rządu i Samorządu Terytorialnego.

Wyniki konsultacji publicznych zostaną omówione w raporcie dołączonym do niniejszej Oceny.

Projekt, wraz z przesłaniem do konsultacji publicznych, zostanie opublikowany w Biuletynie Informacji Publicznej Ministerstwa Zdrowia zgodnie z przepisami ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. z 2017 r. poz. 248) oraz w Biuletynie Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji zgodnie z uchwałą nr 190 Rady Ministrów z dnia 29 października 2013 r. – Regulamin pracy Rady Ministrów (M.P. z 2016 r. poz. 1006, z późn. zm.).

6. Wpływ na sektor finansów publicznych

(ceny stałe z r.)		Skutki w okresie 10 lat od wejścia w życie zmian [tys. zł]											
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Łącznie (0–10)
Dochody ogółem													
budżet państwa													
JST													
pozostałe jednostki (oddzielnie)													
Wydatki ogółem													
budżet państwa													
JST													
pozostałe jednostki (oddzielnie)													
Saldo ogółem													
budżet państwa													
JST													
pozostałe jednostki (oddzielnie)													
Źródła finansowania													
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń													
7. Wpływ na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym funkcjonowanie przedsiębiorców oraz na rodzinę, obywateli i gospodarstwa domowe													
Skutki													
Czas w latach od wejścia w życie zmian		0	1	2	3	5	10	Łącznie (0–10)					
W ujęciu pieniężnym (w mln zł, ceny stałe z r.)	duże przedsiębiorstwa												
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw												
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe												
W ujęciu niepieniężnym	duże przedsiębiorstwa												

	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw	
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe	
Niemierzalne		
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń	Zgodnie z OSR projektu ustawy o produktach kosmetycznych	
8. Zmiana obciążeń regulacyjnych (w tym obowiązków informacyjnych) wynikających z projektu		
☐ nie dotyczy		
Wprowadzane są obciążenia poza bezwzględnie wymaganymi przez UE (szczegóły w odwróconej tabeli zgodności).	☐ tak ☒ nie ☐ nie dotyczy	
☐ zmniejszenie liczby dokumentów ☐ zmniejszenie liczby procedur ☐ skrócenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:	☒ zwiększenie liczby dokumentów ☒ zwiększenie liczby procedur ☐ wydłużenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:	
Wprowadzane obciążenia są przystosowane do ich elektronizacji.	☒ tak ☐ nie ☐ nie dotyczy	
Komentarz:		
9. Wpływ na rynek pracy		
Regulacja prawna nie będzie miała wpływu na rynek pracy.		
10. Wpływ na pozostałe obszary		
☐ środowisko naturalne ☐ sytuacja i rozwój regionalny ☐ inne:	☐ demografia ☐ mienie państwowe	☐ informatyzacja ☒ zdrowie
Omówienie wpływu		
11. Planowane wykonanie przepisów aktu prawnego		
Z dniem wejścia w życie projektowanego rozporządzenia.		
12. W jaki sposób i kiedy nastąpi ewaluacja efektów projektu oraz jakie mierniki zostaną zastosowane?		
Planowane jest coroczne zestawienia informacji związanych z liczbą otrzymanych zgłoszeń.		
13. Załączniki (istotne dokumenty źródłowe, badania, analizy itp.)		
Nie dotyczy.		

ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ZDROWIA¹⁾

z dnia

**w sprawie powołania ośrodka uprawnionego do informacji o produkcie kosmetycznym
w razie konieczności podjęcia leczenia**

Na podstawie art. 18 ust. 4 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) zarządza się, co następuje:

§ 1. Ośrodkiem do informacji o produkcie kosmetycznym, niezbędnych w razie konieczności podjęcia leczenia, udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.²⁾) jest

§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

MINISTER ZDROWIA

¹⁾ Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej – zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 10 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. poz. 95).

²⁾ Zmiany niniejszego rozporządzenia zostały ogłoszone w Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, Dz. Urz. UE L 114 z 25.04.2013, str. 1, Dz. Urz. UE L 139 z 25.05.2013, str. 8, Dz. Urz. UE L 190 z 11.07.2013, str. 38, Dz. Urz. UE L 315 z 26.11.2013, str. 34, Dz. Urz. UE L 107 z 10.04.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 238 z 09.08.2014, str. 3, Dz. Urz. UE L 254 z 28.08.2014, str. 39, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 1, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 193 z 21.07.2015, str. 115, Dz. Urz. UE L 199 z 29.07.2015, str. 22, Dz. Urz. UE L 60 z 05.03.2016, str. 59, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 7, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 1, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 189 z 14.07.2016, str. 40, Dz. Urz. UE L 198 z 23.07.2016, str. 10, Dz. Urz. UE L 17 z 21.01.2017, str. 52, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 12, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 37, Dz. Urz. UE L 117 z 05.05.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 174 z 07.07.2017, str. 16, Dz. Urz. UE L 202 z 03.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 203 z 04.08.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 319 z 05.12.2017, str. 2 oraz Dz. Urz. UE L 326 z 09.12.2017, str. 55.

UZASADNIENIE

Projekt rozporządzenia stanowi wykonanie upoważnienia ustawowego zawartego w art. 18 ust. 4 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...).

Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.) zapewnia, że w przypadku konieczności podjęcia leczenia dostępne w bazie notyfikacji produktów kosmetycznych (tzw. baza CPNP) są receptury ramowe produktów kosmetycznych. Dostępu do informacji zawartych w tej części bazy nie mają organy nadzoru, ale jedynie centra zatruc lub ośrodki tego typu wyznaczone przez państwa członkowskie.

Zadaniem ośrodka będzie zapewnienie dostępu do informacji o produkcie kosmetycznym udostępnianych przez Komisję Europejską zgodnie z art. 13 ust. 1–3 ww. rozporządzenia, niezbędnych w razie konieczności podjęcia właściwego leczenia. Zaproponowano, aby ośrodek spełniał następujące kryteria: udzielał konsultacji toksykologicznych osobom wykonującym zawód medyczny, analizował przyczyny zatruc, posiadał dostęp do baz naukowych dotyczących właściwości toksykologicznych substancji oraz posiadał telefoniczne i elektroniczne środki komunikacji alarmowej (art. 18 ustawy).

Projektowane regulacje wejdą w życie z dniem 1 czerwca 2018 r.

Projekt rozporządzenia nie będzie miał wpływu na sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw.

Projekt rozporządzenia nie jest objęty prawem Unii Europejskiej.

Projekt regulacji nie wymaga notyfikacji w rozumieniu przepisów rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597).

Projekt rozporządzenia nie wymaga przedstawienia właściwym organom i instytucjom Unii Europejskiej, w tym Europejskiemu Bankowi Centralnemu, w celu uzyskania opinii, dokonania powiadomienia, konsultacji albo uzgodnienia.

Wskazać również należy, że nie istnieje możliwość podjęcia alternatywnych w stosunku do wydania projektowanego rozporządzenia środków umożliwiających osiągnięcie zamierzonego celu.

Nazwa projektu Projekt rozporządzenia Ministra Zdrowia w sprawie powołania ośrodka uprawnionego do informacji o produkcie kosmetycznym w razie konieczności podjęcia leczenia Ministerstwo wiodące i ministerstwa współpracujące Ministerstwo Zdrowia/Główny Inspektorat Sanitarny Osoba odpowiedzialna za projekt w randze Ministra, Sekretarza Stanu lub Podsekretarza Stanu Marek Posobkiewicz, Główny Inspektor Sanitarny Kontakt do opiekuna merytorycznego projektu Główny Inspektorat Sanitarny, tel. 22 536 ... e-mail:@gis.gov.pl	Data sporządzenia 16.04.2018 r. Źródło: Art. 18 ust. 4 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) Nr w wykazie prac Ministra Zdrowia: MZ ...
--	--

OCENA SKUTKÓW REGULACJI

1. Jaki problem jest rozwiązywany?

Celem projektu rozporządzenia jest rozwiązanie problemu wyznaczenia przez państwo członkowskie ośrodka zatruć lub innej jednostki mającej dostęp do receptur ramowych produktów kosmetycznych.

2. Rekomendowane rozwiązanie, w tym planowane narzędzia interwencji, i oczekiwany efekt

W ustawie z dnia o produktach kosmetycznych przewidziano wydanie przez ministra właściwego do spraw zdrowia rozporządzenia powołującego ośrodek uprawniony do dostępu do informacji określonych w art. 13 ust. 1–3 rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 1223/2009”.

3. Jak problem został rozwiązany w innych krajach, w szczególności krajach członkowskich OECD/UE?

Rozporządzenie nr 1223/2009 pozostawia państwom członkowskim swobodę w określaniu sposobu realizacji jego celów. Biorąc pod uwagę powyższe nie przeprowadzono analizy rozwiązań przyjętych w innych państwach członkowskich, ponieważ rozwiązania przyjęte przez inne kraje zależą od ich specyfiki np. organizacji nadzoru nad rynkiem.

4. Podmioty, na które oddziałuje projekt

Grupa	Wielkość	Źródło danych	Oddziaływanie
Lekarze	Ok. 172 tys. lekarzy i lekarzy dentyistów	Dane statystyczne Naczelnej Izby Lekarskiej Dane aktualne na dzień 30.09.2017 http://www.nil.org.pl/rejestry/centralny-rejestr-lekarzy/informacje-statystyczne	Możliwość uzyskania informacji o ramowej recepturze produktu kosmetycznego

5. Informacje na temat zakresu, czasu trwania i podsumowanie wyników konsultacji

Nie były prowadzone prekonsultacje publiczne projektu rozporządzenia.
Projekt rozporządzenia w ramach konsultacji publicznych zostanie przekazany, z ...-dniowym terminem na zgłaszanie uwag, do następujących podmiotów:

- 1) Sekretariatu Ochrony Zdrowia KK NSZZ „Solidarność”;
- 2) KK NZZ „Solidarność 80”;
- 3) Ogólnopolskiego Porozumienia Związków Zawodowych;
- 4) Forum Związków Zawodowych;
- 5) Polskiego Związku Przemysłu Kosmetycznego;
- 6) Polskiego Towarzystwa Kosmetologów;
- 7) Polskiego Stowarzyszenia Przemysłu Kosmetycznego i Detergentowego;
- 8) Federacji Konsumentów;

- 9) Stowarzyszenia Konsumentów Polskich;
- 10) Polskiego Klubu Ekologicznego;
- 11) Fundacji WWF Polska;
- 12) Polskiej Izby Handlu;
- 13) Konfederacji Lewiatan;
- 14) Pracodawców Rzeczypospolitej Polskiej;
- 15) Business Center Club;
- 16) Związku Przedsiębiorców i Pracodawców;
- 17) Związku Rzemiosła Polskiego;
- 18) Polskiej Organizacji Handlu i Dystrybucji;
- 19) Naczelnej Rady Aptekarskiej;
- 20) Naczelnej Rady Lekarskiej;
- 21) Naczelnej Rady Pielęgniarek i Położnych;
- 22) Krajowej Rady Diagnostów Laboratoryjnych;
- 23) Rady Dialogu Społecznego;
- 24) Komisji Wspólnej Rządu i Samorządu Terytorialnego.

Wyniki konsultacji publicznych zostaną omówione w raporcie dołączonym do niniejszej Oceny.

Projekt, wraz z przesłaniem do konsultacji publicznych, zostanie opublikowany w Biuletynie Informacji Publicznej Ministerstwa Zdrowia zgodnie z przepisami ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingsowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. z 2017 r. poz. 248) oraz w Biuletynie Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji zgodnie z uchwałą nr 190 Rady Ministrów z dnia 29 października 2013 r. – Regulamin pracy Rady Ministrów (M.P. z 2016 r. poz. 1006, z późn. zm.).

6. Wpływ na sektor finansów publicznych

(ceny stałe z ... r.)	Skutki w okresie 10 lat od wejścia w życie zmian [tys. zł]											
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Łącznie (0–10)
Dochody ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Wydatki ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Saldo ogółem												
budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Źródła finansowania	Zgodnie z OSR ustawy o produktach kosmetycznych											
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń												

7. Wpływ na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym funkcjonowanie przedsiębiorców oraz na rodzinę, obywateli i gospodarstwa domowe								
Skutki								
Czas w latach od wejścia w życie zmian		0	1	2	3	5	10	Łącznie (0–10)
W ujęciu pieniężnym (w mln zł, ceny stałe z ... r.)	duże przedsiębiorstwa							
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw							
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe							
W ujęciu niepieniężnym	duże przedsiębiorstwa							
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw							
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe							
Niemierzalne								
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń		Projekt nie będzie miał wpływu na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym funkcjonowanie przedsiębiorców oraz na rodzinę, obywateli i gospodarstwa domowe.						
8. Zmiana obciążeń regulacyjnych (w tym obowiązków informacyjnych) wynikających z projektu								
☒ nie dotyczy								
Wprowadzane są obciążenia poza bezwzględnie wymaganymi przez UE (szczegóły w odwrotnej tabeli zgodności).				☐ tak ☒ nie ☐ nie dotyczy				
☐ zmniejszenie liczby dokumentów ☐ zmniejszenie liczby procedur ☐ skrócenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:				☐ zwiększenie liczby dokumentów ☐ zwiększenie liczby procedur ☐ wydłużenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:				
Wprowadzane obciążenia są przystosowane do ich elektronizacji.				☒ tak ☐ nie ☐ nie dotyczy				
Komentarz:								
9. Wpływ na rynek pracy								
Regulacja prawna nie będzie miała wpływu na rynek pracy.								
10. Wpływ na pozostałe obszary								
☐ środowisko naturalne ☐ sytuacja i rozwój regionalny ☐ inne:			☐ demografia ☐ mienie państwowe			☐ informatyzacja ☒ zdrowie		

Omówienie wpływu	Zapewnienia dostępu do informacji o recepturach ramowych produktów kosmetycznych w przypadku konieczności podjęcia leczenia może przyczynić się do lepszej opieki medycznej.
11. Planowane wykonanie przepisów aktu prawnego	
Z dniem wejścia w życie projektowanego rozporządzenia.	
12. W jaki sposób i kiedy nastąpi ewaluacja efektów projektu oraz jakie mierniki zostaną zastosowane?	
Można ewentualnie ocenić roczną ilość udzielanych informacji.	
13. Załączniki (istotne dokumenty źródłowe, badania, analizy itp.)	
Nie dotyczy.	

ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ZDROWIA^{1), 2)}

z dnia

**w sprawie metod oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów
kosmetycznych**

Na podstawie art. 25 ust. 3 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...) zarządza się, co następuje:

§ 1. Ustala się metody oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych określone w załączniku do rozporządzenia.

§ 2. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.³⁾

MINISTER ZDROWIA

¹⁾ Minister Zdrowia kieruje działem administracji rządowej – zdrowie, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 10 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Zdrowia (Dz. U. poz. 95).

²⁾ Niniejsze rozporządzenie wdraża następujące dyrektywy:

- 1) Pierwsza dyrektywa Komisji z dnia 22 grudnia 1980 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (80/1335/EWG) (Dz. Urz. WE L 383 z 31.12.1980, str. 27; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 6, str. 109 oraz Dz. Urz. WE L 57 z 27.02.1987, str. 56; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 8, str. 268);
- 2) Druga dyrektywa Komisji z dnia 14 maja 1982 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (82/434/EWG) (Dz. Urz. WE L 185 z 30.06.1982, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 6, str. 301 oraz Dz. Urz. WE L 108 z 28.04.1990, str. 92; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 10, str. 122);
- 3) Trzecia dyrektywa Komisji z dnia 27 września 1983 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich dotyczących metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (83/514/EWG) (Dz. Urz. WE L 291 z 24.10.1983, str. 9; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 7, str. 124);
- 4) Czwarta dyrektywa Komisji z dnia 11 października 1985 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (85/490/EWG) (Dz. Urz. WE L 295 z 7.11.1985, str. 30; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 8, str. 46);
- 5) Piąta dyrektywa Komisji 93/73/EWG z dnia 9 września 1993 r. w sprawie metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (Dz. Urz. WE L 231 z 14.09.1993, str. 34; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 12, str. 222);
- 6) Szósta dyrektywa Komisji z dnia 7 lipca 1995 r. odnosząca się do metod analizy niezbędnych do kontroli składu produktów kosmetycznych (95/32/WE) (Dz. Urz. WE L 178 z 28.07.1995, str. 20; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 15, str. 171);
- 7) Siódma dyrektywa Komisji 96/45/WE z dnia 2 lipca 1996 r. odnosząca się do metod analizy niezbędnych do kontroli składu produktów kosmetycznych (Dz. Urz. WE L 213 z 22.08.1996, str. 8; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 17, str. 142).

³⁾ Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie określenia procedur pobierania próbek kosmetyków oraz procedur przeprowadzania badań laboratoryjnych (Dz. U. z 2003 r. poz. 107 oraz z 2004 r. poz. 2106), które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia zgodnie z art. 65 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...).

Załącznik
do rozporządzenia
Ministra Zdrowia
z dnia ... (poz. ...)

ZAŁĄCZNIK

Metody oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych

POBIERANIE PRÓBEK PRODUKTÓW KOSMETYCZNYCH

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Procedurę pobierania próbek produktów kosmetycznych opisano mając na względzie ich analizę w różnych laboratoriach.

2. DEFINICJE

2.1. *Próbka podstawowa:*

część pobrana z partii przeznaczonej na sprzedaż.

2.2. *Próbka ogólna:*

suma wszystkich próbek podstawowych mających ten sam numer partii.

2.3. *Próbka laboratoryjna:*

reprezentatywna część próbki ogólnej przeznaczona do analizy w poszczególnych laboratoriach.

2.4. *Próbka analityczna:*

reprezentatywna część próbki laboratoryjnej wymagana do jednej analizy.

2.5. *Pojemnik:*

opakowanie, które zawiera produkt i jest z nim w stałym bezpośrednim kontakcie.

3. PROCEDURA POBIERANIA PRÓBEK

3.1. Próbki produktów kosmetycznych powinny być pobierane z oryginalnych opakowań i przesyłane do laboratorium analitycznego bez otwierania.

3.2. Dla produktów kosmetycznych, które są dostarczane na rynek hurtowo lub sprzedawane detalicznie w pojemnikach różnych od oryginalnego opakowania producenta, powinny być podane odpowiednie instrukcje pobierania próbek w miejscach ich stosowania lub sprzedaży.

3.3. Liczba próbek podstawowych, wymaganych do przygotowania próbki laboratoryjnej, powinna być odpowiednia do metody analitycznej, jak i liczby analiz wykonywanych w każdym laboratorium.

4. IDENTYFIKACJA PRÓBK

- 4.1. Próbkę powinny być zapieczętowane w momencie pobierania i identyfikowane zgodnie z przepisami stosowanymi w odpowiednim Państwie Członkowskim.
- 4.2. Każda pobrana próbka podstawowa powinna zawierać na etykiecie następujące informacje:
 - nazwę produktu kosmetycznego,
 - datę, godzinę i miejsce pobrania próbki,
 - nazwisko osoby odpowiedzialnej za pobranie próbki,
 - nazwę urzędu kontrolującego.
- 4.3. Sprawozdanie z pobrania próbki należy napisać zgodnie z przepisami stosowanymi w danym Państwie Członkowskim.
5. PRZECHOWYWANIE PRÓBEK
- 5.1. Próbkę podstawową powinny być przechowywane zgodnie z zaleceniami producenta, jeśli podane są na etykiecie.
- 5.2. Jeśli nie wymieniono innych warunków, próbki laboratoryjne powinny być przechowywane w ciemności, w temperaturze między 10–25°C.
- 5.3. Próbek podstawowych nie wolno otwierać przed rozpoczęciem analizy.

PRAKTYCZNE PRZYGOTOWANIE PRÓBEK LABORATORYJNYCH

1. OGÓLNE ZASADY
- 1.1. W każdym przypadku gdy to możliwe, analiza powinna być wykonywana na każdej próbce podstawowej. Jeśli próbka podstawowa jest zbyt mała, należy posługiwać się minimalną liczbą próbek podstawowych. Przed pobraniem próbki laboratoryjnej próbki podstawowe powinny być ze sobą starannie wymieszane.
- 1.2. Otworzyć pojemnik pod osłoną gazu obojętnego, jeśli wymaga tego metoda analityczna i możliwie szybko pobrać odpowiednią liczbę próbek laboratoryjnych oraz niezwłocznie przeprowadzić ich analizę. Jeśli próbka podstawowa ma być zachowana, pojemnik należy szczelnie zamknąć pod osłoną gazu obojętnego.
- 1.3. Produkty kosmetyczne mogą być wytwarzane w postaci ciekłej lub stałej, a także półstałej. Jeśli nastąpiła separacja faz pierwotnie homogenicznego produktu, przed pobraniem próbki laboratoryjnej należy go ponownie ujednorodnić.
- 1.4. Jeśli produkty kosmetyczne trafiają do sprzedaży specjalną drogą, czego konsekwencją jest brak możliwości zastosowania się do niniejszej instrukcji i jeśli nie ma uregulowań dotyczących odpowiednich metod badawczych, możliwe jest użycie oryginalnej procedury pod warunkiem, że zostanie ona sformułowana na piśmie, a opis ten będzie stanowił część raportu analitycznego.

2. CIECZE

2.1. Produkty te mogą występować w takich formach, jak roztwory w oleju, w alkoholu i w wodzie, wody toaletowe, płyny lub mleczka. Mogą być one pakowane w butelki, ampułki lub tuby.

2.2. Pobieranie próbki laboratoryjnej:

- przed otwarciem pojemnik energicznie wstrząsnąć,
- otworzyć pojemnik,
- wlać kilka mililitrów cieczy do próbówki w celu obejrzenia, czy materiał nadaje się do pobrania próbki laboratoryjnej,
- ponownie zamknąć pojemnik, lub
- pobrać wymagane próbki laboratoryjne,
- starannie ponownie zamknąć pojemnik.

3. SUBSTANCJE PÓLSTAŁE

3.1. Produkty mogą występować w takich formach, jak pasty, kremy, sztywne emulsje i żele. Mogą być pakowane w tuby, butelki z tworzyw sztucznych lub słoiki.

3.2. Pobieranie próbki laboratoryjnej może następować w różny sposób:

- 3.2.1. pojemniki z wąską szyjką. Usunąć przynajmniej pierwszy centymetr produktu. Wycisnąć próbkę laboratoryjną i niezwłocznie zamknąć pojemnik.
- 3.2.2. pojemniki z szeroką szyjką. Zdjąć równomiernie całą wierzchnią warstwę produktu i usunąć ten materiał. Pobrać próbkę laboratoryjną i niezwłocznie ponownie zamknąć pojemnik.

4. CIAŁA STAŁE

4.1. Produkty te mogą występować w takich formach, jak sypkie proszki, sprasowane proszki, sztyfty i mogą być pakowane w różnego rodzaju pojemniki.

4.2. Pobieranie próbki laboratoryjnej może następować w różny sposób:

- 4.2.1. sypki proszek – wstrząsnąć energicznie przed odkorkowaniem lub otwarciem. Otworzyć i pobrać próbkę laboratoryjną.
- 4.2.2. prasowany proszek lub sztyft – usunąć wierzchnią warstwę przez równomierne drapanie. Pobrać próbkę laboratoryjną spod spodu.

5. PRODUKTY W POJEMNIKACH POD CIŚNIENIEM („dozowniki aerozolowe”)

5.1. Produkty te są zdefiniowane w art. 2 dyrektywy Rady z dnia 20 maja 1975 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do

dozowników aerozoli (75/324/EWG)².

5.2. **Próbka laboratoryjna**

Po energicznym wstrząśnięciu reprezentatywną część zawartości dozownika aerozolowego przenieść przy pomocy odpowiedniego łącznika (patrz przykładowy rys. 1: w szczególnych przypadkach metoda analityczna może wymagać użycia innych łączników) do pokrytej tworzywem sztucznym szklanej butelki (rys. 4) wyposażonej w zawór aerozolowy nieposiadający rurki zanurzeniowej. Podczas przenoszenia próbki butelkę trzyma się zaworem skierowanym w dół. Takie przeniesienie próbki zapewnia dobrą widoczność zawartości pojemnika i odpowiada jednemu z następujących czterech przypadków:

- 5.2.1. wyrób aerozolowy w postaci jednorodnego roztworu do bezpośredniej analizy.
- 5.2.2. wyrób aerozolowy składający się z dwóch faz ciekłych. Każda z faz może być analizowana po oddzieleniu dolnej fazy do drugiej pomocniczej butelki do przenoszenia. W tym przypadku pierwsza butelka do przenoszenia jest skierowana zaworem w dół. W takim przypadku dolna faza jest często fazą wodną i nie zawiera propelenta (np. wyrób z butanem i wodą).
- 5.2.3. wyrób aerozolowy zawierający proszek w zawieszynie. Fazę ciekłą można analizować po oddzieleniu proszku.
- 5.2.4. wyrób w postaci piany lub kremu. Najpierw należy odważyć do pomocniczej butelki do przenoszenia 5 do 10 g 2-metoksyetanolu. Substancja ta zabezpiecza przed tworzeniem się piany podczas operacji odgazowania i wtedy można usuwać propelent bez strat cieczy.

5.3. **Wyposażenie**

Łącznik (rys. 1) jest wykonany z duraluminium lub mosiądzu. Jest przeznaczony do połączenia różnych zaworów poprzez łącznik polietylenowy (patrz przykładowe rys. 2 i 3). Można używać innych łączników.

Pomocnicza butelka do przenoszenia (rys. 4) jest wykonana z białego szkła pokrytego zewnętrzną warstwą ochronną z przezroczystego tworzywa. Jej pojemność wynosi 50 do 100 ml i jest wyposażona w zawór aerozolowy bez rurki zanurzeniowej.

5.4. **Metoda**

Aby można było przenieść wystarczającą ilość próbki, z butelki do przenoszenia musi być usunięte powietrze. W tym celu należy wprowadzić przez łącznik około

⁴⁾ Dz. Urz. WE L 147 z 9.6.1975, str. 40, z późn. zm.

10 ml dichlorodifluorometanu lub butanu (zależnie od rodzaju badanego wyrobu aerosolowego) i całkowicie odgazować aż do zaniku fazy ciekłej, trzymając butelkę do przenoszenia zaworem skierowanym do góry. Usunąć łącznik. Zważyć butelkę do przenoszenia („a” gramów). Energicznie wytrząsnąć pojemnik aerosolowy, z którego ma być pobierana próbka. Połączyć łącznik z zaworem na pojemniku aerosolowym z badaną zawartością (zawór skierowany do góry), dopasować butelkę do przenoszenia próbki (szyjką skierowaną w dół) do łącznika i nacisnąć. Napęlnić butelkę do przenoszenia do około dwóch trzecich pojemności. Jeśli przenoszenie przedwcześnie ustaje na skutek wyrównania ciśnień, można je wznowić przez chłodzenie butelki do przenoszenia. Usunąć łącznik, zważyć napęlnioną butelkę („b” gramów) i oznaczyć masę przeniesionej próbki, m_1 ($m_1 = b - a$).

Otrzymaną w ten sposób próbkę można użyć do:

1. normalnej analizy chemicznej.
2. analizy składników lotnych metodą chromatografii gazowej.

5.4.1. Analiza chemiczna

Trzymając butelkę do przenoszenia zaworem do góry postępować następująco:

- odgazować. Jeśli czynność ta powoduje powstawanie piany, należy użyć butelki do przenoszenia, do której uprzednio przy pomocy strzykawki dodano przez łącznik dokładnie odważoną ilość (5 do 10 g) 2-metoksyetanolu,
- bez straty próbki zakończyć usuwanie lotnych składników przez wytrząsanie w łaźni wodnej o temperaturze 40°C. Zdjąć łącznik,
- ponownie zważyć butelkę do przenoszenia („c” gramów) w celu ustalenia ciężaru pozostałości m_2 ($m_2 = c - a$).

(Uwaga: przy obliczaniu ciężaru pozostałości należy odjąć ciężar ewentualnie użytego 2-metoksyetanolu.),

- otworzyć butelkę do przenoszenia przez zdjęcie zaworu,
- całkowicie rozpuścić pozostałość w znanej ilości odpowiedniego rozpuszczalnika,
- przeprowadzić wymagane oznaczenie na części pobranej próbki.

Wzory do obliczeń są następujące:

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

gdzie:

m_1 = masa aerozolu pobrana do butelki do przenoszenia;

m_2 = masa pozostałości po ogrzaniu do 40°C;

r = procent określonej substancji w m_2 (ustalony według właściwej metody);

R = procent określonej substancji w aerozolu, jaki otrzymano do analizy;

Q = całkowita masa określonej substancji w dozowniku aerozolowym;

P = początkowa masa netto dozownika aerozolowego (próbka podstawowa).

5.4.2. Analiza lotnych składników metodą chromatografii gazowej

5.4.2.1. Zasady

Przy pomocy strzykawki do chromatografii gazowej pobrać właściwą ilość materiału z butelki do przenoszenia. Następnie wstrzyknąć zawartość strzykawki do chromatografu gazowego.

5.4.2.2. Oprzyrządowanie

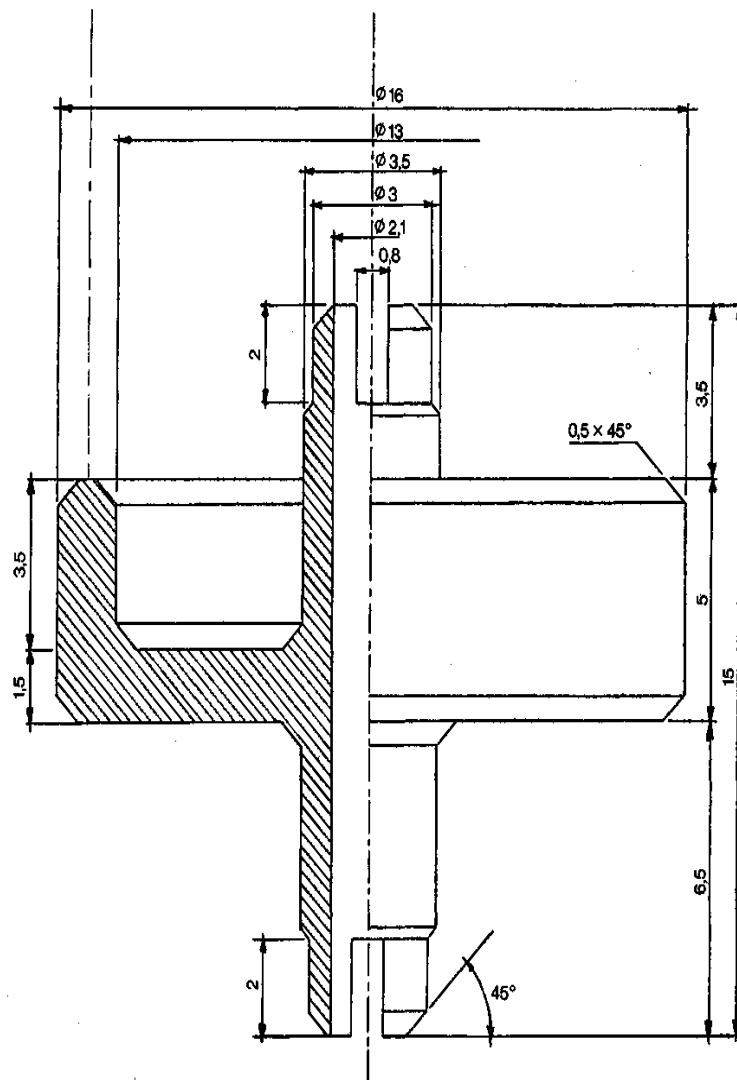
Precyzyjna strzykawka o pojemności 25 μ l lub 50 μ l szeregu A2 (rys.5) do pobierania próbek dla chromatografii gazowej lub równoważna. Ta strzykawka wyposażona jest w zawór odcinający przy nasadzie igły. Strzykawka jest połączona z butelką do przenoszenia przy pomocy łącznika przy butelce i polietylenowej rurki (długość 8 mm, wewnętrzna średnica 2,5 mm) przy strzykawce.

5.4.2.3. Metoda

Po pobraniu do butelki do przenoszenia właściwej ilości produktu aerozolowego dopasować stożkowe zakończenie strzykawki do butelki, jak opisano w pkt. 5.4.2.2. Otworzyć zawór i nabrać właściwą ilość cieczy. Usunąć pęcherzyki gazu przez kilkakrotne poruszenie tłokiem (schłodzić strzykawkę, jeśli to konieczne). Jeśli strzykawka zawiera właściwą ilość pozbawionej pęcherzyków cieczy, zamknąć zawór i odłączyć strzykawkę od butelki do przenoszenia. Założyć igłę, włożyć strzykawkę do iniektora chromatografu gazowego i wstrzyknąć.

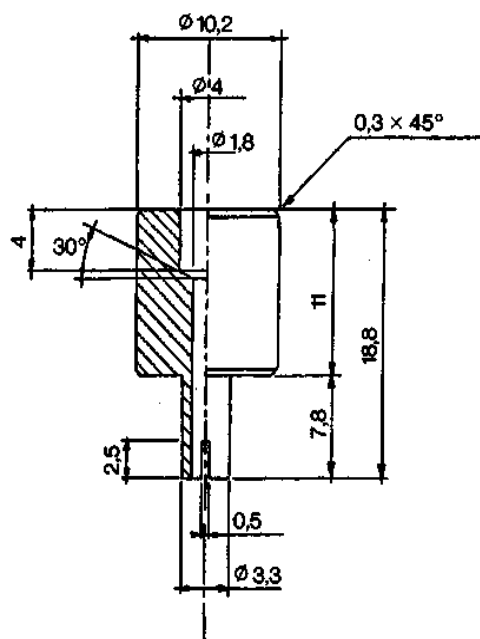
5.4.2.4. Wzorzec wewnętrzny

Jeśli potrzebny jest wzorzec wewnętrzny, to jest on wprowadzany do butelki do przenoszenia (przy pomocy zwykłej szklanej strzykawki z użyciem łącznika).



Rys. 1

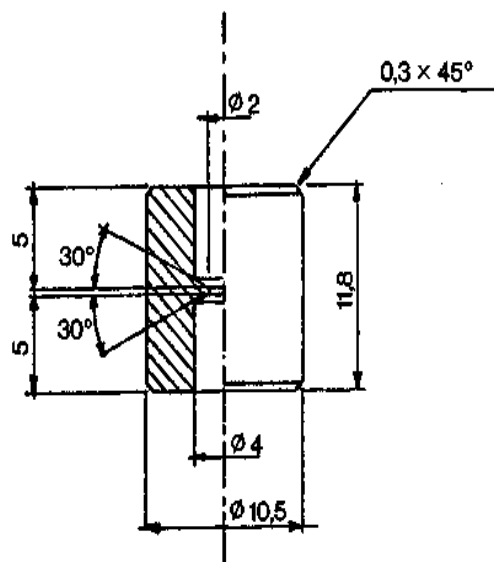
Łącznik P1



Rys. 2

Łącznik M₂

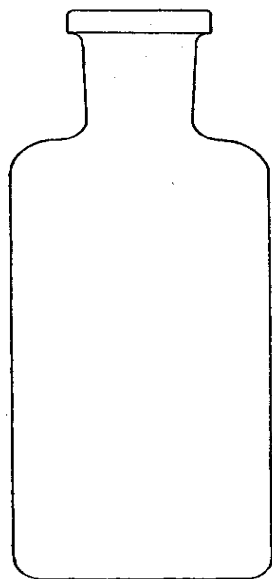
Do przenoszenia między zaworem „męskim” i „żeńskim”



Rys. 3

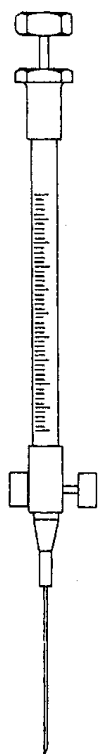
Łącznik M₁

Do przenoszenia między dwoma zaworami „żeńskimi”



Rys. 4

Butelka do przenoszenia;
pojemność 50 do 100 ml



Rys. 5

Strzykawka do gazu pod ciśnieniem

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI WOLNYCH WODOROTLENKÓW SODU I POTASU

1. CEL I ZAKRES METODY

Metoda podaje dokładną procedurę identyfikowania produktów kosmetycznych zawierających znaczące ilości wolnych wodorotlenków sodu (INCI: *sodium hydroxide*) i potasu (INCI: *potassium hydroxide*) i oznaczenia takich wolnych wodorotlenków sodu i/lub potasu w środkach do prostowania włosów i w rozpuszczalnikowych środkach do usuwania skórek paznokci.

2. DEFINICJA

Wolny wodorotlenek sodu i potasu są określane objętością (ilością) standardowego roztworu kwasu, wymaganą do zubożenia produktu w podanych warunkach, a otrzymaną ilość wyraża się jako % m/m wolnego wodorotlenku sodu.

3. ZASADY

Próbka zostaje rozpuszczona lub zdyspergowana w wodzie i miareczkowana standardowym roztworem kwasu. Wartość pH jest rejestrowana równocześnie z dodawaniem kwasu do roztworu wodorotlenku sodu lub potasu. W przypadku prostych roztworów wodorotlenków sodu lub potasu punktem końcowym jest wyraźny wzrost szybkości zmian wartości pH.

Krzywa miareczkowania może być niewyraźna w obecności:

- a) amoniaku lub innych słabych zasad organicznych, które same mają raczej spłaszczoną krzywą miareczkowania (w tej metodzie amoniak usuwa się przez odparowanie pod zmniejszonym ciśnieniem, ale w pokojowej temperaturze),
- b) soli słabych kwasów, które mogą powodować wzrost krzywej miareczkowania z kilkoma punktami przegięcia (w tych przypadkach tylko pierwsza część krzywej do pierwszego z tych punktów przegięcia odpowiada zubożeniu jonu wodorotlenowego pochodzącego z wolnego wodorotlenku sodu lub potasu).

Podano alternatywną procedurę miareczkowania, odpowiednią dla przypadku, gdy zauważa się nadmierne oddziaływanie soli słabych kwasów nieorganicznych.

Chociaż istnieje teoretyczna możliwość, że inne rozpuszczalne mocne zasady, np. wodorotlenek litu, czwartorzędowy wodorotlenek amonowy, mogłyby być obecne dając wzrost pH do wysokich wartości, jednak obecność ich w takim rodzaju wyrobów jak produkty kosmetyczne jest wysoce nieprawdopodobna.

4. IDENTYFIKOWANIE

4.1. **Odczynniki**

- 4.1.1. Standardowy alkaliczny roztwór buforowy o pH = 9,18 w 25°C: 0,05 M roztwór tetraboranu disodu.

4.2. **Aparatura**

- 4.2.1. Zwykłe szklane wyposażenie laboratoryjne
- 4.2.2. Pehametr
- 4.2.3. Szklana elektroda membranowa.
- 4.2.4. Standardowa kalomelowa elektroda odniesienia.

4.3. **Procedura**

Skalibrować pehametr z pomocą elektrod z zastosowaniem standardowego roztworu buforowego. Przygotować 10% roztwór lub dyspersję analizowanego wyrobu w wodzie i przesączyć go. Zmierzyć pH. Jeśli pH wynosi 12 lub więcej należy wykonać oznaczanie zawartości ilościowe.

5. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI

5.1. **Miareczkowanie w środowisku wodnym**

5.1.1. *Odczynnik*

- 5.1.1.1. Standardowy 0,1 N kwas chlorowodorowy

5.1.2. *Aparatura*

- 5.1.2.1. Zwykłe szklane wyposażenie laboratoryjne
- 5.1.2.2. Pehametr, korzystnie jeśli wyposażony w rejestrator
- 5.1.2.3. Szklana elektroda membranowa
- 5.1.2.4. Standardowa kalomelowa elektroda odniesienia

5.1.3. *Procedura*

Zważyć dokładnie w zlewce pojemności 150 ml próbkę wielkości 0,5 - 1,0 g. Jeśli w próbce znajduje się amoniak, dodać kilka ziaren porowatych, umieścić zlewkę w eksykatorze próżniowym, usuwać amoniak za pomocą pompy wodnej tak długo, aż jego zapach będzie niewyczuwalny (około trzech godzin).

Dodać 100 ml wody, rozpuścić lub zdyspergować pozostałość i miareczkować 0,1 N roztworem kwasu chlorowodorowego (5.1.1.1), rejestrując zmiany pH (5.1.2.2).

5.1.4. *Obliczenie*

Umieścić punkty przegięcia na krzywych miareczkowania. Jeśli pierwszy punkt przegięcia występuje przy pH niższym niż 7, próbka nie zawiera wodorotlenku sodu lub potasu.

Jeśli na krzywej znajdują się dwa lub więcej punktów przegięcia, tylko pierwszy punkt ma znaczenie. Zanotować objętość roztworu zużytego do miareczkowania do pierwszego punktu przegięcia.

Oznaczyć symbolem V objętość roztworu zużytego do miareczkowania, w mililitrach.

Oznaczyć symbolem M masę próbki analitycznej, w gramach.

Zawartość wodorotlenku sodu i/lub potasu w próbce wyrażoną jako % m/m wodorotlenku sodu oblicza się stosując wzór:

$$\% = 0,4 (V/M)$$

Może powstać sytuacja, w której pomimo oznak obecności znaczącej ilości wodorotlenków sodu i/lub potasu, krzywa miareczkowania nie wykazuje wyraźnego punktu przegięcia. W takim przypadku należy powtórzyć oznaczenie w izopropanolu.

5.2. **Miareczkowanie w izopropanolu**

5.2.1. *Odczynniki*

5.2.1.1. Izopropanol

5.2.1.2. Standardowy 1,0 N wodny roztwór kwasu chlorowodorowego

5.2.1.3. 0,1 N roztwór kwasu chlorowodorowego w izopropanolu przygotowany bezpośrednio przed użyciem przez rozcieńczenie 1,0 N wodnego roztworu kwasu chlorowodorowego izopropanolem

5.2.2. *Aparatura*

5.2.2.1. Zwykle szklane wyposażenie laboratoryjne

5.2.2.2. Pehametr, korzystnie jeśli z rejestratorem

5.2.2.3. Szklana elektroda membranowa

5.2.2.4. Standardowa kalomelowa elektroda odniesienia

5.2.3. *Procedura*

Zważyć dokładnie w zlewce o pojemności 150 ml próbkę wielkości 0,5 - 1,0 g. Jeśli w próbce znajduje się amoniak, dodać kilka ziaren porowatych, umieścić zlewkę w eksykatorze próżniowym, usuwać amoniak z pomocą pompy wodnej tak długo, aż jego zapach będzie niewyczuwalny (około trzech godzin).

Dodać 100 ml izopropanolu, rozpuścić lub zdyspergować pozostałość i miareczkować 0,1 N kwasem chlorowodorowym (5.2.1.3), rejestrując odczytane zmiany pH (5.2.2.2).

5.2.4. *Obliczenie*

Jak w pkt. 5.1.4. Pierwszy punkt przegięcia występuje przy odczytanej wartości pH około 9.

5.3. **Powtarzalność³**

Dla wodorotlenku sodu lub potasu na poziomie 5% (m/m), wyrażonym jako wodorotlenek sodu, różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonywanych równolegle na tej samej próbce nie powinna przekraczać wartości bezwzględnej 0,25%.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI KWASU SZCZAWIOWEGO I JEGO SOLI ALKALICZNYCH W PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH DO PIELĘGNACJI WŁOSÓW

1. CEL I ZAKRES METODY

Metoda jest odpowiednia do identyfikowania i oznaczania kwasu szczawowego (INCI: *oxalic acid*) i jego soli alkalicznych w produktach kosmetycznych do pielęgnacji włosów. Może być stosowana dla bezbarwnych wodnych/alkoholowych roztworów i płynów, które zawierają około 5% kwasu szczawowego lub równoważną ilość alkalicznych szczawianów.

2. DEFINICJA

Zawartość kwasu szczawowego lub jego soli alkalicznych oznaczona według tej metody jest wyrażona jako zawartość w procentach masowych (m/m) wolnego kwasu szczawowego w próbce.

3. ZASADY

Po usunięciu wszystkich obecnych anionowych środków powierzchniowo czynnych chlorowodorkiem p-toluidyny, kwas szczawowy i/lub szczawiany są wytrącane jako szczawian wapnia, po czym roztwór jest przesączany. Osad jest rozpuszczany w kwasie siarkowym i miareczkowany roztworem manganianu (VII) potasu.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. 5% (m/m) roztwór octanu amonu

4.2. 10% (m/m) roztwór chlorku wapnia

4.3 95% (V/V) etanol

4.4. Tetrachlorek węgla

³ Patrz ISO/DIS 5725.

- 4.5. Eter dietylowy
- 4.6. 6,8% (m/m) roztwór dichlorowodorku p-toluidyny
- 4.7. 0,1 N roztwór manganianu (VII) potasu
- 4.8. 20% (m/m) kwas siarkowy (VI)
- 4.9. 10% (m/m) kwas chlorowodorowy
- 4.10. Trójwodny octan sodu (trihydrat octanu sodu)
- 4.11. Kwas octowy lodowaty
- 4.12. Kwas siarkowy (VI) (1:1)
- 4.13. Nasycony roztwór wodorotlenku baru

5. APARATURA

- 5.1. Rozdzielacze, 500 ml
- 5.2. Zlewki, 50 ml i 600 ml
- 5.3. Tygle z filtrem szklanym G-4
- 5.4. Cylindry miarowe, 25 ml i 100 ml
- 5.5. Pipety, 10 ml
- 5.6. Kolby ssawkowe, 500 ml
- 5.7. Próżniowa pompa wodna
- 5.8. Termometr o zakresie skali 0-100°C
- 5.9. Mieszadło magnetyczne z elementem grzewczym
- 5.10. Pręty magnetyczne pokryte teflonem
- 5.11. Biureta, 25 ml
- 5.12. Kolby stożkowe, 250 ml

6. PROCEDURA

- 6.1. Odważyć 6 do 7 g próbki do zlewki o pojemności 50 ml, doprowadzić do pH 3 rozcieńczonym kwasem chlorowodorowym (4.9) i przemyć w rozdzielaczu 100 ml wody destylowanej. Dodawać stopniowo 25 ml etanolu (4.3), 25 ml roztworu dichlorowodorku p-toluidyny (4.6) i 25 do 30 ml czterochlorku węgla (4.4) i wytrząsnąć energicznie mieszaninę.
- 6.2. Po rozdzieleniu faz usunąć dolną (organiczną) fazę, powtórzyć ekstrakcję używając reagentów podanych w pkt. 6.1 i znowu usunąć fazę organiczną.
- 6.3. Przeleć wodny roztwór do zlewki o pojemności 600 ml i usunąć jeszcze obecny czterochlorek węgla przez ogrzewanie roztworu do wrzenia.
- 6.4. Dodać 50 ml roztworu octanu amonu (4.1), doprowadzić roztwór do wrzenia (5.9) i wmieszać 10 ml gorącego roztworu chlorku wapnia (4.2) do wrzącego roztworu;

pozwolić na wytrącenie się osadu.

- 6.5. Sprawdzić, czy wytrącenie osadu jest całkowite, dodać kilka kropli roztworu chlorku wapnia (4.2), pozostawić do schłodzenia do temperatury pokojowej i następnie wmieszać 200 ml etanolu (4.3), (5.10); pozostawić do odstania na 30 minut.
- 6.6. Przesączyć ciecz przez tygiel z filtrem szklanym (5.3), przenieść osad z małą ilością gorącej wody (50 do 60°C) do tygla z filtrem szklanym i przemyć osad zimną wodą.
- 6.7. Przemyć osad pięć razy małą ilością etanolu (4.3) i potem pięć razy małą ilością eteru etylowego (4.5) i rozpuścić osad w 50 ml gorącego kwasu siarkowego (VI) (4.8) przez przeciąganie tego ostatniego przez szklany filtr tygla pod zmniejszonym ciśnieniem.
- 6.8. Przenieść roztwór bez strat do kolby stożkowej (5.12) i miareczkować roztworem manganianu (VII) potasu (4.7) aż do wystąpienia jasnoróżowego zabarwienia.

7. OBLICZENIE

Zawartość kwasu szczawiowego w próbce wyrażoną jako procent masowy oblicza się ze wzoru:

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

w którym:

A objętość 0,1 N roztworu manganianu (VII) potasu zużyta do miareczkowania (pkt. 6.8);

E masa próbki analitycznej w gramach (6.1);

4,50179 współczynnik przeliczeniowy kwasu szczawiowego.

8. POWTARZALNOŚĆ⁴

Dla zawartości kwasu szczawiowego wynoszącej około 5% różnica między wynikami z dwóch równolegle prowadzonych analiz na tej samej próbce nie powinna przekraczać wartości bezwzględnej 0,15%.

9. IDENTYFIKOWANIE

9.1. Zasady

Kwas szczawiowy i/lub szczawiany wytrącane są w postaci szczawianu wapnia i rozpuszczane w kwasie siarkowym (VI). Do roztworu dodaje się niewielką ilość roztworu manganianu (VII) potasu, który się odbarwia i powoduje tworzenie się dwutlenku węgla. Kiedy powstały dwutlenek węgla przechodzi przez roztwór

⁴ Patrz norma ISO-5725.

wodorotlenku baru, tworzy się biały osad (zmętnienie) węglanu baru.

9.2. Procedura

- 9.2.1. Poddać próbkę przeznaczoną do analizy działaniu opisanemu w pkt. 6.1–6.3, które usunie każdy obecny środek powierzchniowo czynny.
- 9.2.2. Dodać nieco, na czubku łopatką, octanu sodu (4.10) do około 10 ml roztworu otrzymanego zgodnie z pkt. 9.2.1 i zakwasić roztwór kilkoma kroplami kwasu octowego lodowatego (4.11).
- 9.2.3. Dodać 10% roztwór chlorku wapnia (4.2) i odsączyć. Rozpuścić osad szczawianu wapnia w 2 ml kwasu siarkowego (1:1) (4.12).
- 9.2.4. Przenieść roztwór do probówki i dodać kroplami około 0,5 ml 0,1 N roztworu manganianu (VII) potasu (4.7). Jeśli szczawian jest obecny, roztwór traci kolor, najpierw stopniowo, później gwałtownie.
- 9.2.5. Bezpośrednio po dodaniu manganianu (VII) potasu umieścić odpowiednią szklaną rurkę z korkiem nad probówką, ogrzewać lekko zawartość i zbierać powstający dwutlenek węgla w nasyconym roztworze wodorotlenku baru (4.13). Pojawienie się po trzech do pięciu minutach mlecznego zmętnienia węglanu baru świadczy o obecności kwasu szczawowego.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CHLOROFORMU W PAŚCIE DO ZĘBÓW

1. CEL I ZAKRES METODY

Metoda jest stosowana do oznaczania chloroformu w paście do zębów za pomocą chromatografii gazowej. Metoda jest odpowiednia do oznaczania chloroformu na poziomie 5% lub poniżej.

2. DEFINICJA

Zawartość chloroformu oznaczona tą metodą jest wyrażona jako procent masowy w wyrobie.

3. ZASADY

Otrzymuje się zawiesinę pasty do zębów w mieszaninie dimetyloformamidu/metanolu, do której dodaje się znaną ilość acetonitrylu jako standard wewnętrzny. Po odwirowaniu próby faza ciekła jest analizowana metodą chromatografii gazowej i obliczana jest zawartość chloroformu.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 4.1. Porapak Q, Chromosorb 101 lub równoważny, 80 do 100 mesh

4.2. Acetonitryl

4.3. Chloroform

4.4. Dimetyloformamid

4.5. Metanol

4.6. Roztwór standardu wewnętrznego

Do 50-mililitrowej kolbki miarowej dodać pipetą 5 ml dimetyloformamidu (4.4) i dodać około 300 mg (M mg) acetonitrylu, dokładnie odważonego. Uzupełnić do kreski dimetyloformamidem i wymieszać.

4.7. Roztwór do oznaczania względnego współczynnika odpowiedzi. Do 10-mililitrowej kolbki miarowej dodać pipetą dokładnie 5 ml roztworu wewnętrznego standardu (4.6) i dodać około 300 mg (M_1 mg) chloroformu, dokładnie odważonego. Uzupełnić do kreski dimetyloformamidem i wymieszać.

5. APARATURA I WYPOSAŻENIE

5.1. Waga analityczna

5.2. Chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym

5.3. Strzykawka pojemności 5 do 10 μ l i kalibracją co 0,1 μ l

5.4. Pipety ze zbiornikiem gruszkowym pojemności 1, 4 i 5 ml

5.5. Kolby miarowe 10 i 50 ml

5.6. Probówki, około 20-mililitrowe, z nakrętką, Sovirel France nr 20 lub równoważne. Nakrętka ma wewnętrzną płytkę uszczelniającą, pokrytą z jednej strony teflonem.

5.7. Wirówka

6. PROCEDURA

6.1. Warunki chromatografii gazowej

6.1.1. Kolumna szklana długości 150 cm, średnicy wewnętrznej 4 mm, średnicy zewnętrznej 6 mm.

6.1.2. Wypełnić kolumnę wypełnieniem Porapak Q, Chromosorb 101 lub równoważnym 80 do 100 mesh (4.1) z pomocą wibratora.

6.1.3. Detektor płomieniowo-jonizacyjny: należy nastawić jego czułość tak, aby przy wprowadzeniu 3 μ l roztworu według 4.7, wysokość piku acetonitrylu wynosiła około trzech czwartych pełnego zakresu wysokości piku.

6.1.4. Gazy:

nośnik: azot, szybkość przepływu 65 ml/min.

pomocniczy: nastawić przepływ gazów do detektora tak, aby przepływ powietrza lub tlenu był pięć do dziesięciu razy większy niż wodoru.

6.1.5. Temperatury:

dozownik 210°C,
detektor 210°C,
piec kolumny 175°C.

6.1.6. Szybkość przesuwu papieru:

około 100 cm na godzinę.

6.2. **Przygotowanie próbki**

Pobrać próbkę do analizy z nieotwieranej jeszcze tubki. Usunąć najpierw jedną trzecią zawartości, zamknąć tubę, wymieszać starannie pastę i następnie pobrać próbkę analityczną.

6.3. **Oznaczenie**

6.3.1. Do próbki z nakrętką (5.6) odważyć 6 do 7 g (M_0 g) z dokładnością do 10 mg pasty do zębów, przygotowanej zgodnie z pkt. 6.2 i dodać trzy małe szklane ziarenka.

6.3.2. Do próbki dodać pipetą dokładnie 5 ml roztworu wewnętrznego standardu (4.6), 4 ml dimetyloformamidu (4.4) i 1 ml metanolu (4.5), zamknąć próbkę i wymieszać.

6.3.3. Wytrząsnąć zamkniętą próbkę w mechanicznej wytrząsarce w ciągu pół godziny i odwirować ją w ciągu 15 minut z taką szybkością, aby otrzymać wyraźny rozdział faz.

Uwaga: czasami zdarza się, że faza ciekła jest mętna po wirowaniu. Pewną poprawę można uzyskać przez dodanie 1 do 2 g chlorku sodu do fazy ciekłej, pozostawienie do odstania i ponowne odwirowanie.

6.3.4. Wprowadzić do chromatografu 3 μ l roztworu opisanego w pkt. 6.3.3 w warunkach jak w pkt. 6.1. Powtórzyć tę operację w warunkach opisanych powyżej, można podać następujące czasy retencji jako wartości orientacyjne:

metanol –	średnio 1 minuta,
acetonitryl –	średnio 2,5 minuty,
chloroform –	średnio 6 minut,
dimetyloformamid >	15 minut.

6.3.5. Oznaczenie względnego współczynnika odpowiedzi

Wprowadzić 3 μ l roztworu 4.7 dla oznaczenia tego współczynnika. Powtórzyć operację. Oznaczać względny współczynnik odpowiedzi codziennie.

7. **OBLICZENIA**

7.1. **Obliczenie względnej odpowiedzi**

7.1.1. Zmierzyć wysokość i szerokość w połowie wysokości pików acetonitrylu i chloroformu i obliczyć powierzchnie obu pików, zgodnie z wzorem: wysokość x szerokość w

połowie wysokości.

- 7.1.2. Oznaczyć powierzchnie pików acetonitrylu i chloroformu w chromatogramie, otrzymanym zgodnie z pkt. 6.3.5 i obliczyć względną odpowiedź f_s przy pomocy następującego wzoru:

$$f_s = \frac{A_s \times M_i}{M_s \times A_i} = \frac{A_s \times 0,1M}{A_i \times M_1}$$

w którym:

f_s = współczynnik względnej odpowiedzi dla chloroformu;

A_s = powierzchnia pików chloroformu (6.3.5);

A_i = powierzchnia pików acetonitrylu (6.3.5);

M_s = ilość chloroformu w mg na 10 ml roztworu, jak w pkt. 6.3.5 ($=M_1$);

M_i = ilość acetonitrylu w mg na 10 ml roztworu, jak w pkt. 6.3.5 ($=0,1M$).

Obliczyć średnią z otrzymanych wyników.

7.2. Obliczenie zawartości chloroformu

- 7.2.1. Obliczyć zgodnie z pkt. 7.1.1 powierzchnie pików chloroformu i acetonitrylu na chromatogramie otrzymanym w procedurze opisanej w pkt. 6.3.4.

- 7.2.2. Obliczyć zawartość chloroformu w paście do zębów przy pomocy następującego wzoru:

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

w którym:

$\% X$ = zawartość chloroformu w paście do zębów wyrażona jako procent wagowy;

A_s = powierzchnia pików chloroformu (6.3.4);

A_i = powierzchnia pików acetonitrylu (6.3.4);

M_{sx} = masa w mg próbki omówionej w pkt. 6.3.1 ($=1000 M_0$);

M_i = ilość acetonitrylu w mg na 10 ml roztworu otrzymanego zgodnie z pkt. 6.3.2 ($=0,1M$).

Obliczyć średnią oznaczoną zawartość i przedstawić wynik z dokładnością do 0,1%.

8. POWTARZALNOŚĆ⁵

Dla zawartości chloroformu wynoszącej około 3% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć bezwzględnej wartości 0,3%.

⁵ Patrz norma ISO 5725.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CYNKU

1. CEL I ZAKRES METODY

Metoda jest odpowiednia do oznaczania cynku w produktach kosmetycznych, występującego jako chlorek, siarczan lub 4-hydroksybenzenosulfonian cynku lub jako połączenie kilku z tych soli cynku.

2. DEFINICJA

Zawartość cynku w próbce jest oznaczana grawimetrycznie jako bis(2-metylochinolin-8-olano)cynk i wyrażana jako procent wagowy cynku w próbce.

3. ZASADA

Cynk znajdujący się w roztworze jest w środowisku kwaśnym wytrącony jako bis(2-metylochinolin-8-olano)cynk. Po odsączeniu osad suszy się i waży.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. 25% (m/m) stężony amoniak, $d_{4}^{20} = 0,91$

4.2. Lodowaty kwas octowy

4.3. Octan amonu

4.4. 2-metylochinolin-8-ol

4.5. 6% (m/v) roztwór amoniaku

Przenieść 240 g stężonego amoniaku (4.1) do 1000-mililitrowej kolby miarowej, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

4.6. 0,2 M roztwór octanu amonu

Rozpuścić 15,4 g octanu amonu (4.3) w wodzie destylowanej w kolbie miarowej 1000 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

4.7. Roztwór 2-metylochinolin-8-olu

Rozpuścić 5 g 2-metylochinolin-8-olu w 12 ml kwasu octowego lodowatego i następnie przenieść z destylowaną wodą do 1000 ml kolby. Rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

5. APARATURA i WYPOSAŻENIE

5.1. Kolby miarowe, 100 i 1000 ml

5.2. Zlewki, 400 ml

5.3. Cylindry miarowe, 50 i 150 ml

5.4. Pipety kalibrowane, 10 ml

5.5. Tygle z filtrem G-4

- 5.6. Kolby próżniowe, 500 ml
- 5.7. Wodna pompa próżniowa
- 5.8. Termometr kalibrowany od 0 do 100°C.
- 5.9. Eksykator z odpowiednim środkiem odwadniającym i wskaźnikiem wilgotności, np. żel krzemionkowy lub równorzędnym
- 5.10. Piec do suszenia z temperaturą uregulowaną na $150 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 5.11. Pehametr
- 5.12. Ogrzewana płytka
- 5.13. Bibuła filtracyjna firmy Whatman nr 4 lub jej odpowiednik

6. PROCEDURA

- 6.1. Do zlewki pojemności 400 ml zważyć 5 do 10 g (M gramów) analizowanej próbki, zawierającej około 50 do 100 mg cynku, dodać 50 ml wody destylowanej i wymieszać.
 - 6.1.1. Przefiltrować, jeżeli jest to konieczne, za pomocą pompy próżniowej, zachować filtrat.
 - 6.1.2. Powtórzyć czynność ekstrakcji z kolejnymi 50 ml wody destylowanej. Przefiltrować i połączyć filtry.
- 6.2. Dla każdego 10 mg cynku, znajdujących się w roztworze (6.1.2), dodać 2 ml roztworu 2-metylochinolin-8-olu (4.7) i wymieszać.
- 6.3. Rozcieńczyć mieszaninę 150 ml wody destylowanej, doprowadzić temperaturę mieszaniny do 60°C (5.12) i dodać 45 ml 0,2 M roztworu octanu amonu (4.6) stale mieszając.
- 6.4. Doprowadzić pH roztworu do 5,7-5,9: dodawać mieszając 6% roztwór amoniaku (4.5), pH roztworu zmierzyć pehametrem.
- 6.5. Odstawić roztwór na 30 minut. Przesączyć z pomocą wodnej pompy próżniowej przez tygiel z filtrem G-4, który wysuszono uprzednio (150°C) i zważono po schłodzeniu (M_0 gramów), i przemyć osad 150 ml wody destylowanej o temperaturze 95°C .
- 6.6. Umieścić tygiel z filtrem w piecu suszącym o temperaturze ustawionej na 150°C i suszyć w ciągu jednej godziny.
- 6.7. Wyjąć filtr z pieca, umieścić w eksykatorze (5.9) i po schłodzeniu do temperatury pokojowej oznaczyć masę (M_1 gramów).

7. OBLICZENIE

Obliczyć zawartość cynku w próbce jako procent wagowy (% m/m) przy pomocy następującego wzoru:

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

w którym:

M = masa w gramach próbki pobranej do analizy według 6.1;

M₀ = masa w gramach pustego i suchego tygla z filtrem (6.5);

M₁ = masa w gramach tygla z filtrem i osadem (6.7).

8. POWTARZALNOŚĆ (patrz norma ISO 5725)

Dla zawartości cynku około 1% (m/m) różnica między wynikami dwu równoległych oznaczeń wykonywanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać bezwzględnej wartości 0,1%.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ZAWARTOŚCI KWASU

4-HYDROKSYBENZENOSULFONOWEGO

1. CEL I ZAKRES METODY

Metoda jest odpowiednia do identyfikowania i oznaczania kwasu 4-hydroksybenzenosulfonowego (INCI: *4-hydroxybenzenesulphonic acid*) w produktach kosmetycznych, takich jak wyroby aerozolowe i płyny do twarzy.

2. DEFINICJA

Zawartość kwasu 4-hydroksybenzenosulfonowego oznaczona zgodnie z metodą jest wyrażona jako procent wagowy bezwodnego 4-hydroksybenzenosulfonianu cynku w wyrobie.

3. ZASADY

Próbka analityczna zostaje zatężona pod zmniejszonym ciśnieniem, rozpuszczona w wodzie i oczyszczona przez ekstrakcję chloroformem. Kwas 4-hydroksybenzenosulfonowy oznacza się jodometrycznie na części przesączonego roztworu wodnego.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. 36% (m/m) stężony kwas chlorowodorowy, $d_{\frac{20}{4}} = 1,18$

4.2. Chloroform

4.3. Butan-1-ol

4.4. Kwas octowy lodowaty

4.5. Jodek potasu

4.6. Bromek potasu

- 4.7. Węglan sodu
- 4.8. Kwas sulfanililowy (kwas 4-aminobenzenosulfonowy)
- 4.9. Azotan (III) sodu
- 4.10. 0,1 N bromian (V) potasu
- 4.11. 0,1 roztwór tiosiarczanu (VI) sodu
- 4.12. 1% (m/v) wodny roztwór skrobi
- 4.13. 2% (m/v) wodny roztwór węglanu sodu
- 4.14. 4,5% (m/v) wodny roztwór azotanu (III) sodu
- 4.15. 0,05% (m/v) roztworu ditizonu w chloroformie
- 4.16. Roztwór rozwijający: butan-1-ol/kwas octowy lodowaty/woda (4:1:5 części objętościowych); po zmieszaniu w rozdzielaczu oddzielić dolną fazę.
- 4.17. Odczynnik Pauly'ego.

Rozpuścić 4,5 g kwasu sulfanililowego (4.8) w 45 ml stężonego kwasu chlorowodorowego (4.1) ogrzewając i rozcieńczyć roztwór wodą do 500 ml. Schłodzić 10 ml roztworu w naczyniu z wodą i lodem i dodać mieszając 10 ml zimnego roztworu azotanu (III) sodu (4.14). Odstawić roztwór na 15 minut w temperaturze 0°C (w tej temperaturze roztwór jest trwały w ciągu jednego do trzech dni) i bezpośrednio przez spryskiwaniem (7.5) dodać 20 ml roztworu węglanu sodu (4.13).

- 4.18. Gotowe przygotowane płytki celulozowe do chromatografii cienkowarstwowej: wielkość 20x20 cm, grubość warstwy adsorbenta 0,25 mm;

5. APARATURA i WYPOSAŻENIE

- 5.1. Okrągłodenne kolby ze szlifowanym korkiem szklanym, 100 ml
- 5.2. Rozdzielacz, 100 ml
- 5.3. Kolba stożkowa ze szlifowanym korkiem szklanym, 250 ml
- 5.4. Biureta, 25 ml
- 5.5. Pipety ze zbiornikiem gruszkowym, 1, 2 i 10 ml
- 5.6. Pipeta kalibrowana, 5 ml
- 5.7. Strzykawka, 10 µl z kalibracją co 0,1 µl
- 5.8. Termometr ze skalą od 0 do 100°C
- 5.9. Łaźnia wodna z elementem grzewczym
- 5.10. Piec do suszenia, dobrze przewietrzany i nastawiony na temperaturę 80°C
- 5.11. Typowy aparat do chromatografii cienkowarstwowej

6. PRZYGOTOWANIE PRÓBK

W opisanej poniżej metodzie identyfikacji i oznaczania kwasu

hydroksybenzenosulfonowego w wyrobach aerozolowych używana jest pozostałość otrzymana przez usunięcie z pojemnika aerozolowego rozpuszczalników i propelentów, które wyparowują pod normalnym ciśnieniem.

7. IDENTYFIKOWANIE

- 7.1. Nanieść za pomocą strzykawki (5.7) po 5 μ l pozostałości (6) lub próbki w każdym z sześciu punktów na linii początkowej w odległości 1 cm od dolnej krawędzi płytki do chromatografii cienkowarstwowej (4.18).
- 7.2. Umieścić płytkę w komorze rozwijającej, która już zawiera roztwór rozwijający (4.16) i rozwijać do osiągnięcia przez czoło rozpuszczalnika odległości 15 cm od linii początkowej.
- 7.3. Wyjąć płytkę z roztworu rozwijającego i wysuszyć w 80°C do momentu, kiedy opary kwasu octowego nie będą wyczuwalne. Spryskiwać płytkę roztworem węglanu sodu (4.13) i wysuszyć na powietrzu.
- 7.4. Przykryć połowę płytki szklaną płytką i spryskać nieprzykrytą część 0,05% roztworem ditizonu (4.15). Pojawienie się purpurowo-czerwonych plam na chromatogramie wskazuje na obecność jonów cynku.
- 7.5. Przykryć napryskaną część płytki szklaną płytką i spryskać pozostałą część odczynnikiem Pauly'ego (4.17). Na obecność kwasu 4-hydroksybenzenosulfonowego wskazuje pojawienie się żółto-brązowych plam o wartości R_f około 0,26, podczas gdy żółta plama o wartości R_f około 0,45 na chromatogramie wskazuje na obecność kwasu 3-hydroksybenzenosulfonowego.

8. OZNACZENIE

- 8.1. Do okrągłodennej kolby pojemności 100 ml odważyć 10 g próbki lub pozostałości (6) i odparować prawie do sucha pod próżnią w wyparce obrotowej na łaźni wodnej o temperaturze 40°C.
- 8.2. Wprowadzić pipetą do kolby 10,0 ml (V_1 ml) wody i rozpuścić pozostałość po odparowaniu (8.1) przez ogrzewanie.
- 8.3. Ilościowo przenieść roztwór do rozdzielacza (5.2) i ekstrahować wodny roztwór dwukrotnie porcjami po 20 ml chloroformu (4.2). Po każdej ekstrakcji odrzucać fazę chloroformową.
- 8.4. Przesączyć wodny roztwór przez karbowany sączek. Zależnie od oczekiwanej zawartości kwasu hydroksybenzenosulfonowego przenieść pipetą 1,0 lub 2,0 ml (V_2) przesączu do 250 ml kolby stożkowej (5.3) i rozcieńczyć wodą do 75 ml.
- 8.5. Dodać 2,5 ml 36% kwasu chlorowodorowego (4.1) i 2,5 g bromku potasu (4.6),

zmieszać i doprowadzić temperaturę roztworu do 50°C za pomocą łaźni wodnej.

- 8.6. Dodawać z biurety 0,1 N roztworu bromianu (V) potasu (4.10) aż roztwór, stale o temperaturze 50°C, stanie się żółty.
- 8.7. Dodać dalsze 3,0 ml roztworu bromianu (V) potasu (4.10), zamknąć kolbę korkiem i pozostawić na 10 minut w łaźni wodnej o temperaturze 50°C.
- Jeśli po 10 minutach roztwór straci swoją barwę, dodać dalsze 2,0 ml roztworu bromianu (V) potasu (4.10), zamknąć kolbę korkiem i ogrzewać przez 10 minut w łaźni wodnej utrzymywanej w temperaturze 50°C. Zanotować całkowitą ilość dodanego roztworu bromianu (V) potasu (a).
- 8.8. Schłodzić roztwór do temperatury pokojowej, dodać 2 g jodku potasu (4.5) i wymieszać.
- 8.9. Odmiareczkować powstały jod 0,1 N roztworem tiosiarczanu (VI) sodu (4.11). Przy końcu miareczkowania dodać kilka kropli roztworu skrobi (4.12) jako wskaźnika. Zanotować ilość użytego tiosiarczanu sodu (b).

9. OBLICZENIE

Obliczyć zawartość hydroksybenzenosulfonianu cynku w próbce lub pozostałości (6) jako procent masowy (m/m) przy pomocy następującego wzoru:

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

w którym:

a = całkowita ilość w mililitrach dodanego 0,1 N roztworu bromianu (V) potasu (8.7),

b = ilość w mililitrach 0,1 N roztworu tiosiarczanu (VI) sodu użytego do odmiareczkowania (8.9),

m = ilość analizowanego produktu lub pozostałości wyrażona w miligramach (8.1),

V₁ = objętość roztworu otrzymanego według 8.2 wyrażona w mililitrach,

V₂ = objętość użytej do analizy rozpuszczonej pozostałości po odparowaniu (8.4) wyrażona w mililitrach.

Uwaga: W przypadku wyrobów aerozolowych wynik pomiaru w % (m/m) pozostałości (6) musi być wyrażony w odniesieniu do oryginalnego wyrobu. W celu wykonania tej zamiany podano zasady pobierania próbek aerozoli.

10. POWTARZALNOŚĆ⁶.

Dla zawartości około 5% hydroksybenzenosulfonianu cynku różnica między wynikami

⁶ Patrz norma ISO/DIS 5725.

dwu oznaczeń przeprowadzonych równolegle dla tej samej próbki, nie powinna przekraczać bezwzględnej wartości 0,5%.

11. INTERPRETACJA WYNIKÓW

Maksymalna zawartość 4-hydroksybenzenosulfonianu cynku w płynach do twarzy i dezodorantach wynosi 6% (m/m). Sformułowanie to oznacza, że obok zawartości kwasu hydroksybenzenosulfonowego należy oznaczyć zawartość cynku. Pomnożenie obliczonej zawartości hydroksybenzenosulfonianu cynku (9) przez współczynnik 0,1588 daje minimalną zawartość cynku w % (m/m), która teoretycznie musi się znajdować w wyrobie w związku z oznaczoną zawartością kwasu hydroksybenzenosulfonowego. Zawartość cynku - rzeczywiście oznaczona grawimetrycznie - może jednakże być wyższa, ponieważ chlorek cynku i siarczan cynku mogą być również używane w produktach kosmetycznych.

IDENTYFIKACJA ŚRODKÓW UTLENIAJĄCYCH I OZNACZANIE NADTLENKU WODORU W PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH DO PIELĘGNACJI WŁOSÓW

CEL I ZAKRES

Jodometryczne oznaczanie nadtlenu wodoru w kosmetykach jest możliwe wyłącznie w przypadku nieobecności innych środków utleniających, które uwalniają jod z jodków. W związku z tym, przed jodometrycznym oznaczeniem nadtlenu wodoru, konieczne jest wykrycie i identyfikacja innych występujących środków utleniających. Identyfikacja ta dzieli się na dwa etapy: pierwszy obejmuje nadsiarczany, bromiany i nadtlenu wodoru, a drugi nadtlenu baru.

A. IDENTYFIKACJA NADSIARCZANÓW, BROMIANÓW I NADTLENKU WODORU

1. ZASADA

Identyfikację nadsiarczanu sodu, nadsiarczanu potasu i nadsiarczanu amonu oraz bromianu potasu, bromianu sodu i nadtlenu wodoru – nawet tych pochodzących z nadtlenu baru – wykonuje się za pomocą chromatografii bibułowej zstępującej, z zastosowaniem dwóch rozpuszczalników rozwijających.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czyste do analizy.

2.1. Wodne roztwory o odniesieniu 0,5% (m/v) następujących związków:

2.1.1. Nadsiarczan sodu

2.1.2. Nadsiarczan potasu

2.1.3. Nadsiarczan amonu

2.1.4. Bromian potasu

2.1.5. Bromian sodu

2.1.6. Nadtlenu wodoru

2.2. Rozpuszczalnik rozwijający A, etanol 80% (v/v)

2.3. Rozpuszczalnik rozwijający B, benzen - metanol - 3-metylobutan-1-ol – woda (34:38:18:10 obj.)

2.4. Środek wywołujący A, 10% (m/v) roztwór wodny jodku potasu

2.5. Środek wywołujący B, 1% (m/v) roztwór wodny skrobi

2.6. Środek wywołujący C, 10% (m/m) kwas chlorowodorowy

2.7. 4 N kwas chlorowodorowy.

3. APARATURA I WYPOSAŻENIE

3.1. Bibuła chromatograficzna (bibuła „Whatman” nr 3 i nr 4 lub jej równoważniki)

3.2. Mikropipeta, 1 µl

3.3. Kolby miarowe, 100 ml

3.4. Sączki karbowane

3.5. Aparatura do zstępującej chromatografii bibułowej.

4. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII

4.1. **Produkty rozpuszczalne w wodzie**

Przygotować po dwa roztwory każdej próbki, przez rozpuszczenie odpowiednio 1 g i 5 g produktu w 100 ml wody. Pobrać 1 µl każdego z tych roztworów do analizy metodą chromatografii bibułowej, opisaną w sekcji 5.

4.2. **Produkty trudno rozpuszczalne w wodzie**

4.2.1. Odważyć 1 g i 5 g próbki i zawiesić w 50 ml wody, uzupełnić do 100 ml wodą w obu przypadkach i wymieszać. Przesączyć obie dyspersje przez sączek karbowany (3.4.) i pobrać po 1 µl każdego filtratu do analizy metodą chromatografii bibułowej, opisaną w sekcji 5.

4.2.2. Przygotować ponownie dwie dyspersje każdej próbki poprzez dyspergowanie 1g i 5 g w 50 ml wody, zakwaszając rozwodnionym kwasem solnym(2.7), mieszając i uzupełniając do 100 ml wodą. Przesączyć dyspersję przez sączek karbowany i pobrać 1 µl każdego filtratu do analizy metodą chromatografii bibułowej opisaną w sekcji 5.

4.3. **Kremy**

Zawiesić 5 g i 20 g każdego produktu w 100 ml wody i zastosować dyspersje do wykonania analizy metodą chromatografii bibułowej opisaną w sekcji 5.

5. METODA

5.1. Umieścić właściwą ilość rozpuszczalników A (2.2.) i B (2.3.) w komorach dwóch oddzielnych chromatografów, w celu wykonania zstępującej chromatografii bibułowej. Nasycać komory chromatograficzne oparami rozpuszczalników, przez co najmniej 24 godziny.

5.2. Nanieść po 1 µl jednego roztworu próbki i jednego roztworu odniesienia, przygotowanych według opisu w sekcjach 4 i 2.1., na każdy punkt startowy paska bibuły chromatograficznej („Whatman” nr 3 lub równoważnej) o długości 40 cm i szerokości 20 cm (3.1.), lub innego odpowiedniego formatu, i odparować rozpuszczalnik na powietrzu.

5.3. Umieścić pasek chromatograficzny (5.2.) w komorze chromatograficznej z rozpuszczalnikiem rozwijającym A (5.1.) i rozwijać do chwili, kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie odległość 35 cm (około 15 godzin).

- 5.4. Powtórzyć procedurę opisaną w sekcjach 5.2 i 5.3., z użyciem bibuły chromatograficznej (Whatman nr 4 lub równoważnej) (3.1.) i rozpuszczalnika rozwijającego B. Rozdział chromatograficzny prowadzić do chwili, kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie odległość 35 cm (około pięciu godzin).
- 5.5. Po rozwinięciu, wyjąć chromatogramy z komory i wysuszyć na powietrzu.
- 5.6. Wywołać plamy na chromatogramie przez spryskanie go kolejno:
- 5.6.1. środkiem wywołującym A (2.4.) i następnie, po krótkim czasie, środkiem wywołującym B (2.5.). Plamy nadsiarczanów pojawiają się na chromatografie najpierw, a następnie wywołane zostaną plamy nadtlenku wodoru. Obrysować plamy ołówkiem;
- 5.6.2. środkiem wywołującym C (2.6.) chromatogramów otrzymanych zgodnie z opisem w sekcji 5.6.1; szaroniebieskie plamy na chromatogramie wskazują na obecność bromianów.
- 5.7. W opisanych powyżej warunkach, właściwych dla rozpuszczalników rozwijających A (2.2.) i B (2.3.), wartości R_f dla substancji odniesienia (2.1) są w przybliżeniu następujące:

	<i>Roztwór rozwijający</i> A (2.2)	<i>Roztwór rozwijający</i> B (2.3)
Nadsiarczan sodu	0,40	0,10
Nadsiarczan potasu	0,40	0,02 + 0,05
Nadsiarczan amonu	0,50	0,10 + 0,20
Bromian sodu	0,40	0,20
Bromian potasu	0,40	0,10 + 0,20
Nadtlenek wodoru	0,80	0,80

B. IDENTYFIKACJA NADTLENKU BARU

1. ZASADA

Identyfikację nadtlenku baru wykonuje się na podstawie powstawania nadtlenku wodoru, po zakwaszeniu próbki (A.4.2), oraz na podstawie stwierdzenia obecności jonu baru:

- w przypadku nieobecności nadsiarczanów (A), przez dodanie rozcieńczonego kwasu siarkowego do części kwaśnego roztworu próbki (B.4.1.), w wyniku czego powstaje biały osad siarczanu baru. Obecność jonów baru w próbce (B.4.1.) potwierdza się ponownie za pomocą chromatografii bibułowej według metody opisanej poniżej (B.5.),

- w przypadku, gdy w próbce obecne są równocześnie nadtlenek baru i nadsiarczany (B.4.2.), obecność jonów baru w roztworze stopu (B.4.2.3.) stwierdza się przez rozpuszczenie pozostałości z roztworu (B.4.2.), w podwyższonej temperaturze i w środowisku alkalicznym; po rozpuszczeniu w kwasie chlorowodorowym, za pomocą metody chromatografii bibułowej i / lub przez wytrącenie osadu siarczanu baru.

2. ODCZYNNIKI

- 2.1. Metanol
- 2.2. 36% (m/m) stężony kwas chlorowodorowy
- 2.3. 6 N kwas chlorowodorowy
- 2.4. 4 N kwas siarkowy
- 2.5. Sól dwusodowa kwasu rodyzonowego (3,4,5,6 - tetraoksocyklohekseno-1,2-diolu).
- 2.6. Chlorek baru ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- 2.7. Bezwodny węglan sodu
- 2.8. 1% (m/v) roztwór wodny chlorku baru
- 2.9. Rozpuszczalnik rozwijający zawierający metanol, stężony kwas chlorowodorowy (stężenie 36%) i wodę (80:10:10 obj.)
- 2.10. Środek wywołujący, 0.1% (m/v) roztwór wodny soli dwusodowej kwasu rodyzonowego, świeżo przygotowany bezpośrednio przez użyciem.

3. APARATURA I WYPOSAŻENIE

- 3.1. Mikropipeta, 5 μl
- 3.2. Tygle platynowe
- 3.3. Kolby miarowe, 100 ml
- 3.4. Bibuła chromatograficzna firmy „Schleicher and Schull” 2043b lub równoważna. Bibułę oczyszcza się przez pozostawienie jej na noc w komorze chromatograficznej (A.3.5) zawierającej rozpuszczalnik rozwijający (B.2.9), a następnie suszy się ją.
- 3.5. Karbowany sączonek bibułowy.
- 3.6. Aparatura do zstępującej chromatografii bibułowej.

4. PRZYGOTOWANIE PRÓBK

4.1. Produkty niezawierające nadsiarczanów

- 4.1.1. Zawiesić 2 g produktu w 50 ml wody i doprowadzić kwasem chlorowodorowym (B.2.3.) pH dyspersji do wartości około 1.
- 4.1.2. Przy pomocy wody przenieść dyspersję do 100 ml kolby miarowej, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Dyspersji tej używa się do analizy metodą chromatografii

bibułowej opisanej w sekcji 5 oraz do identyfikacji baru przez wytrącenie siarczanu.

4.2. **Produkty zawierające nadsiarczany**

- 4.2.1. Zawiesić 2 g produktu w 100 ml wody i przesączyć.
- 4.2.2. Do wysuszonej pozostałości dodać siedem do dziesięciu razy więcej wagowo węglanu sodu (B.2.7), wymieszać i stapiać mieszaninę w tyglu platynowym. (B.3.2) przez pół godziny.
- 4.2.3. Schłodzić do temperatury pokojowej, rozpuścić stop w 50 ml wody i przesączyć (B.3.5).
- 4.2.4. Rozpuścić pozostałość ze stopu w kwasie chlorowodorowym (B.2.3) i uzupełnić wodą do 100 ml. Roztworu tego używa się do analizy metodą chromatografii bibułowej, opisaną w sekcji 5, oraz do identyfikowania obecności baru przez wytrącenie siarczanu.

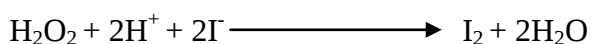
5. **METODA**

- 5.1. Umieścić właściwą ilość rozpuszczalnika rozwijającego (B.2.9) w komorze do zstępującej chromatografii bibułowej i nasycać komorę przez co najmniej 15 godzin.
- 5.2. Na kawałku bibuły chromatograficznej - przygotowanej tak jak opisano w sekcji B.3.4 - nanieść po 5 µl każdego roztworu, przygotowanego zgodnie ze wskazówkami przedstawionymi w sekcjach B.4.1.2 i B.4.2.4, oraz roztwór odniesienia B.2.8 w trzech punktach startowych.
- 5.3. Wysuszyć bibułę z naniesionymi próbkami i roztworem odniesienia na powietrzu. Rozwijać chromatogram do chwili, kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie 30 cm.
- 5.4. Wyjąć chromatogram z komory i wysuszyć na powietrzu.
- 5.5. Wywołać plamy na chromatogramie przez spryskanie bibuły środkiem wywołującym B.2.10. W przypadku obecności baru, na chromatogramie pojawiają się czerwone plamy o wartości RF około 0,10.

C. **OZNACZENIE NADTLENKU WODORU**

1. **ZASADA**

Jodometryczne oznaczanie nadtlenku wodoru przeprowadza się według następującej reakcji:



Przemiana ta zachodzi powoli, lecz można ją przyspieszyć przez dodanie heptamolibdenianu (VI) amonu. Ilość powstałego jodu oznacza się miareczkowo

tiosiarczanem sodu i stanowi ona miarę zawartości nadtlenu wodoru.

2. DEFINICJA

Zawartość nadtlenu wodoru oznaczona w sposób opisany poniżej jest wyrażona jako procent masowy (% m/m) produktu.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czyste do analizy.

3.1. 2 N kwas siarkowy

3.2. Jodek potasu

3.3. Heptamolibdenian (VI) amonu

3.4. 0,1 N tiosiarczan sodu

3.5. 10% (m/v) roztwór jodku potasu, świeżo przygotowany bezpośrednio przez użyciem

3.6. 20% (m/v) roztwór heptamolibdenianu (VI) amonu

3.7. 1% (m/v) roztwór skrobi

4. APARATURA I WYPOSAŻENIE

4.1. Zlewki, 100 ml

4.2. Biureta, 50 ml

4.3. Kolby miarowe, 250 ml

4.4. Cylindry miarowe, 25 i 100 ml

4.5. Pipety jednomiarowe, 10 ml

4.6. Kolby stożkowe, 250 ml

5. METODA

5.1. W zlewce 100 ml odważyć około 10 g (m gramów) produktu zawierającego około 0,6 g nadtlenu wodoru. Przenieść zawartość zlewki za pomocą wody do kolby miarowej 250 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

5.2. Odmierzyć pipetą 10 ml roztworu próbki (5.1.) do 250 ml kolby stożkowej (4.6) i dodawać kolejno 100 ml 2N kwasu siarkowego (3.1.), 20 ml roztworu jodku potasu (3.5.) i trzy krople roztworu heptamolibdenianu (VI) amonu (3.6).

5.3. Miareczkować powstały jod bezzwłocznie 0,1N roztworem tiosiarczanu sodu (3.4) i bezpośrednio przed osiągnięciem punktu końcowego dodać kilka mililitrów roztworu skrobi (3.7), jako wskaźnika. Zarejestrować zużycie 0,1N roztworu tiosiarczanu sodu (3.4.) w mililitrach (V).

5.4. Przeprowadzić analizę ślepej próby według sposobu opisanego w sekcji 5.2. i 5.3., zastępując 10 ml roztworu próbki 10 ml wody. Zarejestrować zużycie 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodu w analizie ślepej próby (V_0 ml).

6. OBLICZENIE

Obliczyć zawartość nadtlenu wodoru w produkcie, w procentach masowych (% m/m), według następującego wzoru:

$$\begin{aligned}\% \text{ nadtlenu wodoru} &= \frac{(Y-V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1000} \\ &= \frac{(V-V_0) \times 4,252}{m}\end{aligned}$$

gdzie:

m = ilość produktu poddawanego analizie (5.1),

V₀ = zużycie 0,1N roztworu tiosiarczanu do analizy ślepej próby w mililitrach (5.4),

V = zużycie 0,1N roztworu tiosiarczanu do analizy roztworu próbki w mililitrach (5.3).

7. POWTARZALNOŚĆ⁷

W przypadku produktu zawierającego około 6% m/m nadtlenu wodoru, różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równolegle dla tej samej próbki nie powinna przekraczać wartości bezwzględnej 0,2%.

IDENTYFIKACJA I PÓŁILOŚCIOWE OZNACZANIE NIEKTÓRYCH BARWNIKÓW UTLENIAJĄCYCH W FARBACH DO WŁOSÓW

1. CEL I ZAKRES

Metoda jest odpowiednia do identyfikacji i półilościowego oznaczania następujących substancji w farbach do włosów, w postaci kremu lub płynu:

Substancje	Symbol
<i>Fenylenodwuaminy</i>	
o-fenylenodwuamina	(OPD)
m-fenylenodwuamina	(MPD)
p-fenylenodwuamina (załącznik V)	(PPD)

⁷ Patrz: norma ISO 5725.

Substancje	Symbol
<i>Metylofenylenodwuaminy</i>	
4-metylo-1,2-fenylenodwuamina (3,4-dwuaminotoluen)	(OTD)
4-metylo-1,3-fenylenodwuamina (2,4-dwuaminotoluen)	(MTD)
2-metylo-1,4-fenylenodwuamina (2,5 dwuaminotoluen)	(PTD)
<i>Dwuaminofenole</i>	
2,4-dwuaminofenol	(DAP)
<i>Hydrochinon</i>	
1,4 – dwuhydroksybenzen	(H)
a –naftol	(α -N)
<i>Pirogalol</i>	
1,2,3 – trójhdroksybenzen	(P)
<i>Rezorcynol</i>	
1,3-dwuhydroksybenzen	(R)

2. ZASADA

Barwniki utleniające z farb w postaci kremu lub płynu ekstrahuje się za pomocą 96% alkoholu etylowego oraz przy pH = 10 i identyfikuje się je metodą chromatografii cienkowarstwowej, jedno- lub dwukierunkowej.

W celu ilościowego oznaczenia tych substancji, chromatogramy próbek otrzymane za pomocą czterech układów rozwijających są porównywane z chromatogramami substancji odniesienia otrzymanymi w tym samym czasie i w możliwie jak najbardziej podobnych warunkach.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czyste do analizy.

3.1 Bezwodny alkohol etylowy

3.2. Aceton

3.3. Alkohol etylowy, 96% v/v

- 3.4. Roztwór amoniaku, 25%, $d_4^{20}=0.91$
- 3.5. Kwas L(+) askorbinowy
- 3.6. Chloroform
- 3.7. Cykloheksan
- 3.8. Azot techniczny
- 3.9. Toluen
- 3.10. Benzen
- 3.11. n-butanol
- 3.12. Butan-2-ol.
- 3.13. Kwas podfosforawy, roztwór 50% v/v.
- 3.14. Odczynnik do dwuazowania. Jeden z dwóch do wyboru:
- chlorobenzenosulfonian 3-nitro-1-benzenodwuazoniowy (stabilizowany w postaci soli), tak jak w Red 2 JN-Francolor
 - naftalenobenzoesan-2-chloro-4-nitro-1-benzenodwuazoniowy (stabilizowany w postaci soli), tak jak w odczynniku NNCD – odniesienie nr 74150 FLUKA lub równoważny.
- 3.15. Azotan srebra
- 3.16. p- dwumetyloaminobenzaldehyd
- 3.17. 2,5-Dwumetylofenol
- 3.18. sześciowodny chlorek żelazowy
- 3.19. Kwas chlorowodorowy, roztwór 10% m/v.
- 3.20. **Substancje odniesienia**
- Substancje odniesienia przedstawiono w ust. 1 „Cel i zakres”. W przypadku związków aminowych substancją odniesienia może być chlorowodorek (mono- lub di-) lub wolna zasada.
- 3.21. **Roztwory odniesienia 0,5% (m/v).**
- Przygotowuje się roztwór A 0,5% (m/v) wszystkich substancji odniesienia podanych w sekcji. 3.20.
- Odważyć 50 mg $\pm$ 1 mg substancji odniesienia w 10-ml kolbie miarowej.
- Dodać 5 ml 96% alkoholu etylowego (3.3) i 250 mg kwasu askorbinowego (3.5).
- Zalkalizować dodając roztwór amoniaku (3.4), do uzyskania wyraźnego odczynu o pH 10 (z badać papierkiem wskaźnikowym).
- Uzupełnić 96% alkoholem etylowym (3.3) do 10 ml i wymieszać.
- Roztwory można przechowywać przez tydzień, w chłodnym miejscu i bez dostępu

światła.

W niektórych przypadkach, po dodaniu kwasu askorbinowego i amoniaku, może wytrącać się osad. W tej sytuacji, przed przystąpieniem do kolejnych czynności, należy pozwolić na jego osadzenie się.

3.22. Rozpuszczalniki rozwijające

3.22.1. Aceton – chloroform - toluen (35:25:40 obj.)

3.22.2. Chloroform - cykloheksan - etanol absolutny-25% amoniak (80:10:10:1 obj.)

3.22.3. Benzen-butan-2-ol-woda (50:25:25). Po rozdzieleniu w temperaturze pokojowej (20-25°C), należy dobrze wstrząsnąć i zastosować górną fazę.

3.22.4. Butanol - chloroform - odczynnik M (7:70:23 obj.). Rozdzielać starannie, w temperaturze pokojowej (20-25°C) i stosować dolną fazę.

Przygotowanie odczynnika M:

25% (v/v) roztwór amoniaku	24 objętości
50% kwas podfosforawy (3.13.)	1 objętość
woda	75 objętości

Uwaga

Rozpuszczalniki rozwijające zawierające amoniak, bezpośrednio przed użyciem należy dobrze wstrząsać.

3.23. Wskaźniki wywołujące do rozpylania

3.23.1. Odczynnik do dwuazowania

Przygotować 5% (m/v) roztwór wodny wybranego odczynnika (3.14). Roztwór ten należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

3.23.2. Odczynnik Ehrlicha

Rozpuścić 2 g p-dwumetyloaminobenzaldehydu (3.16) w 100 ml 10% (m/v) wodnego roztworu kwasu chlorowodorowego (3.19).

3.23.3. 2,5-dwumetylofenol - chlorek żelaza sześciowodny.

Roztwór1: rozpuścić 1 g dwumetylofenolu (3.17) w 100 ml 96% etanolu (3.3).

Roztwór 2: rozpuścić 4 g chlorku żelaza sześciowodnego (3.18) w 100 ml 96% etanolu (3.3).

Do wywoływania, roztwory te należy rozpylać oddzielnie, najpierw roztwór 1, następnie roztwór 2.

3.23.4. Amoniakalny azotan srebra.

Do 5% (m/v) wodnego roztworu azotanu srebra (3.15) dodać 25% amoniak (3.4), aż

do rozpuszczenia osadu. Odczynnik ten musi zostać przygotowany bezpośrednio przed użyciem. Nie należy go przechowywać.

4. APARATURA

- 4.1. Stosuje się zwykle wyposażenie laboratoryjne do chromatografii cienkowarstwowej.
- 4.1.1. Osłona z tworzywa sztucznego lub szklana, skonstruowana tak, aby azot mógł opływać płytkę chromatograficzną podczas nanoszenia kropli próbek i suszenia. Ostrożność ta jest konieczna ze względu na podatność pewnych barwników na utlenianie.
- 4.1.2. Mikrostrzykawka 10 µl, kalibrowana, z podziałkami 0,2 µl, z okrągło zakończoną igłą, lub lepiej 50 µl wielokrotny dozownik, zmontowany na statywie śrubowym w taki sposób, że płytka może być utrzymywana w atmosferze azotu.
- 4.1.3. Cienkowarstwowe płytki krzemionkowe gotowe do stosowania, o grubości 0,25 mm, o wymiarach 20 × 20 cm (firmy Macherey and Nagel, Silica G-HR, które mają podłoże ze sztucznego tworzywa, lub płytki równoważne).
- 4.2. Wirówka, 4.000 obrotów / minutę.
- 4.3. Probówki do wirówki, 10 ml z korkiem gwintowym pokrytym PTFE, lub probówki równoważne.

5. PROCEDURA

5.1. Przygotowanie próbek

Odrzucić pierwsze 2 lub 3 cm kremu wyciśniętego z tuby.

W probówce wirówki (4.3), uprzednio przepłukanej azotem, umieścić: 300 mg kwasu askorbinowego, 3 g kremu lub 3 g homogenizowanego płynu.

Wkraplać 25% amoniak (3.4), do uzyskania pH 10. Uzupełnić 96% alkoholem etylowym (3.3) do 10 ml.

Homogenizować w atmosferze azotu (3.8), zamknąć i następnie wirować przy 4 000 obrotów na minutę przez 10 minut.

Do analizy stosować ciecz znajdującą się na górze.

5.2. Chromatografia

5.2.1. Nanoszenie kropli na płytki

W atmosferze azotu (3.8), nanieść na płytkę chromatograficzną (4.1.3) po 1 µl wszystkich opisanych powyżej roztworów odniesienia, w dziewięciu punktach, oddalonych od siebie o 1,5 cm, wzdłuż linii znajdującej się średnio 1,5 cm od krawędzi płytki.

Roztwory odniesienia należy rozmieścić następująco:

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

Dodatkowo nanieść w punktach 10 i 11 odpowiednio po 2 μ l próbek badanych roztworów, otrzymanych zgodnie z opisem w sekcji. 5. 1.

Utrzymywać płytkę w atmosferze azotu, aż do chwili, kiedy zostanie poddana rozdzielni chromatograficznemu.

5.2.2. Rozwijanie

Umieścić płytkę w komorze uprzednio przepłukanej azotem (3.8), nasyconej jednym z czterech rozpuszczalników (3.22) i pozostawić do rozwijania w temperaturze pokojowej (20-25°C), w ciemności, do chwili, kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie wysokość około 15 cm od linii bazowej.

Wyjąć płytkę z komory i suszyć w atmosferze azotu (3.8), w temperaturze pokojowej.

5.2.3. Spryskiwanie

Spryskać płytkę bezzwłocznie jednym z czterech roztworów wymienionych w punkcie 3.23.

5.2.4. Identyfikacja

Porównać wartości R_f i barwy otrzymanych plam z tymi otrzymanymi dla substancji odniesienia poddanej chromatograficznemu rozdzielni.

Tabela I podaje przykłady wartości R_f i barwy dla każdej substancji, zależnie od stosowanych rozpuszczalników i użytych wskaźników wywołujących.

Potwierdzenie wątpliwej identyfikacji można czasem uzyskać metodą wzorca wewnętrznego, dodając roztwór odpowiedniej substancji odniesienia do ekstraktu próbki.

5.2.5. Ocena półilościowa

Porównać wizualnie intensywność plam dla każdej substancji identyfikowanej w punkcie 5.2.4 z odpowiednim zakresem stężeń substancji odniesienia.

Jeśli stężenie jednej lub kilku substancji znalezionych w próbce jest zbyt wysokie, rozcieńczyć ekstrakt próbki i powtórzyć pomiar.

TABELA I

Wartości R_f i barwy otrzymane bezpośrednio po spryskaniu.

Substancja odniesienia (3.20)	Rozpuszczalniki rozwijające				Rozpylane wskaźniki wywołujące			
	Wartości R _f				Otrzymane barwy			
	(3.22.1)	(3.22.2)	(3.22.3)	(3.22.4)	Dwuazowy (3.23.1.)	Ehrlicha (3.23:2.)	Dwumetylofenol (3.23.3.)	AgNO ₃ (3.24.4.)
OPD	0,62	0,60	0,30	0,57	blado-brązowa	-	-	blado-
MPD	0,40	0,60	0,47	0,48	fioletowo-	żółta	blado-brązowa	brązowa
PPD	0,20	0,50	0,30	0,48	brązowa*	jasnoczerwona*	fioletowa	blado-
OTO	0,60	0,60	0,53	0,60	brązowa*	blado -	blado-brązowa	brązowa
MTD	0,40	0,67	0,45	0,60	brązowa*	czarawo-	brązowa	czarna
PTD	0,33	0,65	0,37	0,70	brązowa*	brązowa	fioletowa*	szara
DAP	0,07	-	0	0,05	brązowa*	pomarańczowa	fioletowa	brązowa
znalezionych	0,50	0,35	0,80	0,20	-	pomarańczowa	fioletowa	czarna*

Substancja odniesienia (3.20)	Rozpuszczalniki rozwijające				Rozpylane wskaźniki wywołujące			
	Wartości R _f				Otrzymane barwy			
	(3.22.1)	(3.22.2)	(3.22.3)	(3.22.4)	Dwuazowy (3.23.1.)	Ehrlicha (3.23:2.)	Dwumetylofenol (3.23.3.)	AgNO ₃ (3.24.4.)
a-N	0,90	0,90	0,90	0,75	pomarańczowo	-	fioletowa	czarna
P	0,37	-	0,67	0,05	-brązowa brązowa	bardzo lekko	fioletowa* bardzo lekko	brązowa*
R	0,50	0,37	0,80	0,17	pomarańczowa *	blado- fioletowa blado-fioletowa	blado-brązowa bardzo lekko blado-brązowa	blado- brązowa

Uwaga:

1. OPD jest słabo widoczna, należy użyć rozpuszczalnika (3.22.3), aby rozdzielić ją wyraźnie od OTD.

5. BADANIE METODĄ DWUKIERUNKOWEJ CHROMATOGRAFII CIENKOWARSTWOWEJ

Procedura chromatografii dwukierunkowej wymaga zastosowania dodatkowych wzorców i odczynników.

6.1. Dodatkowe roztwory i substancje odniesienia:

- 6.1.1. β -naftol (B-N)
- 6.1.2. 2-aminofenol (OAP)
- 6.1.3. 3-aminofenol (MAP)
- 6.1.4. 4-aminofenol (PAP)
- 6.1.5. 2-nitro-1,4-fenyleneodwuamina(2-NPPD)
- 6.1.6. 4-nitro-1,2-fenyleneodwuamina(4-NOPD)

Przygotować 0,5% m/v roztwory wszystkich dodatkowych substancji odniesienia, według wskazówek przedstawionych w punkcie 3.21.

6.2. Dodatkowy rozpuszczalnik rozwijający

- 6.2.1. Octan etylu - cykloheksan - 25% roztwór amoniaku (65:30:0,5 obj).

6.3. Dodatkowy układ wskaźnika wywołującego

Umieścić szklane naczynie w komorze do chromatografii cienkowarstwowej, dodać około 2 g kryształów jodu i zamknąć komorę odpowiednią pokrywką.

6.4. Chromatografia

- 6.4.1. Na powierzchni absorbentu płytki cienkowarstwowej (4.1.3) narysować dwie linie, tak jak pokazano na rysunku 1.
- 6.4.2. W atmosferze azotu (4.1.1) nanieść od 1 do 4 μ l ekstraktu (5.1) w punkcie bazowym 1 (rys. 1.), który znajduje się w odległości 2 cm od obu krawędzi. Ilość naniesionego ekstraktu zależy od intensywności plam na chromatogramach 5.2.
- 6.4.3. Między punktami 2 i 3 (rys. 1) rozdzielić barwniki utleniające, zidentyfikowane lub do identyfikacji, przez rozdział chromatograficzny 5.2. (odległość między punktami wynosi 1,5 cm). Nanosić po 2 μ l wszystkich roztworów odniesienia, z wyjątkiem DAP, który trzeba nanieść w ilości 6 μ l. Czynności należy wykonywać w atmosferze azotu (6.4.2).
- 6.4.4. Powtórzyć operację 6.4.3. w punktach bazowych 4 i 5 (rys. 1) i utrzymywać płytkę w atmosferze azotu, aż do chwili rozpoczęcia rozdziału chromatograficznego (odległość między punktami wynosi 1,5 cm).
- 6.4.5. Przeplukać komorę chromatograficzną azotem (3.8) i umieścić w niej odpowiednią

ilość rozpuszczalnika rozwijającego 3.22.2. Umieścić płytkę (6.4.4) w komorze i rozwinąć ją w ciemności w pierwszym kierunku elucji (rys. I) w ciemności.

Eluować do chwili, kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie linię zaznaczoną na płytce (około 13 cm).

- 6.4.6. Wyjąć płytkę z komory i umieścić ją w komorze chromatograficznej przepłukanej uprzednio azotem, co najmniej na 60 minut, w celu odparowania wymywanego rozpuszczalnika.
- 6.4.7. Przy pomocy kalibrowanej probówki wprowadzić do komory przepłukanej azotem (3.8) odpowiednią ilość rozpuszczalnika wymywającego (6.2), umieścić płytkę obróconą o 90° w komorze (6.4.6) i prowadzić rozdział chromatograficzny w drugim kierunku (również w ciemności), do chwili, kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie linię narysowaną na powierzchni absorbentu. Wyjąć płytkę z komory i odparować rozpuszczalnik wymywający na powietrzu.
- 6.4.8. Umieścić płytkę w komorze chromatograficznej z parami jodu (6.3) na 10 minut i interpretować dwukierunkowy chromatogram korzystając z wartości R_f i barw substancji odniesienia, rozdzielanych chromatograficznie w tym samym czasie (tabela II stanowi przewodnik po wartościach R_f i barwach).

Uwaga

W celu maksymalnego wybarwienia plam, chromatogram należy pozostawić wystawiony na działanie powietrza na pół godziny po rozwinięciu.

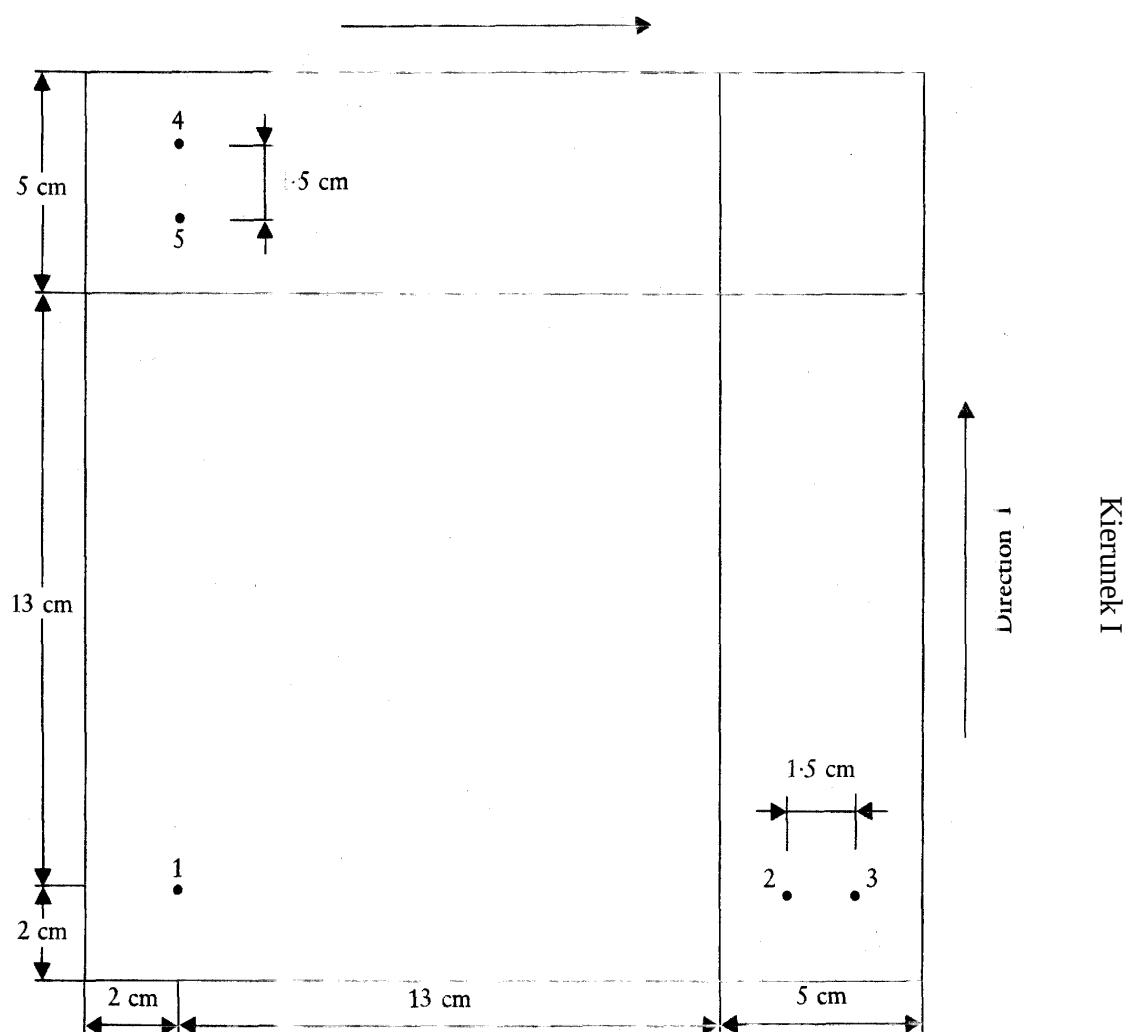
- 6.4.9. Obecność barwników utleniających stwierdzoną w punkcie 6.4.8 można ostatecznie potwierdzić przez powtórzenie czynności opisanych w punktach 6.4.1-6.4.8, oraz przez dodanie w 1 punkcie bazowym do ilości ekstraktu podanej w punkcie 6.4.2, 1 μ l substancji odniesienia zidentyfikowanej w 6.4.8. Jeśli nie zostanie znaleziona dodatkowa plama w porównaniu z chromatogramem otrzymanym według punktu 6.4.8, interpretacja chromatogramu 6.4.8. jest prawidłowa.

TABELA II

Barwa substancji odniesienia po procesie chromatografii i wywołaniu parami jodu

Substancja odniesienia	Barwa po wywołaniu parami jodu
R	beżowa
P	brązowa
alfa-N	fioletowa
beta-N	blado-brązowa
H	fioletowo-brązowa
MPD	żółtawo-brązowa
PPD	fioletowo-brązowa
MTD	ciemnobrązowa
PTD	żółtawo-brązowa
DAP	ciemnobrązowa
OAP	pomarańczowa
MAP	żółtawo-brązowa
PAP	fioletowo-brązowa
2-NPPD	brązowa
4-NOPD	pomarańczowa

Rysunek 1



IDENTYFIKACJA I OZNACZANIE AZOTYNÓW

A. IDENTYFIKACJA

1. CEL I ZAKRES

Metoda jest odpowiednia do identyfikowania azotynu w produktach kosmetycznych, szczególnie w kremach i pastach.

2. ZASADA

Na obecność azotynu wskazuje powstawanie barwnych pochodnych z fenylohydrazonem aldehydu 2-aminobenoesowego (Nitrin®).

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czyste do analizy.

3.1. Rozcieńczony kwas siarkowy: rozcieńczyć 2 ml stężonego kwasu siarkowego ($d_4^{20} = 1,84$) w 11 ml destylowanej wody

3.2. Rozcieńczony kwas chlorowodorowy: rozcieńczyć 1 ml stężonego kwasu chlorowodorowego ($d_4^{20} = 1,19$) w 11 ml destylowanej wody.

3.3. Metanol

3.4. Roztwór fenylohydrazonu aldehydu 2-aminobenoesowego (odczynnik Nitrin®) w metanolu.

Odważyć 2,0 g Nitrinu® i przenieść ilościowo do 100 ml kolby miarowej. Dodać kroplami 4 ml rozcieńzonego kwasu chlorowodorowego (3.2) i wstrząsnąć. Uzupełnić do kreski metanolem i mieszać do chwili, kiedy roztwór stanie się całkowicie przezroczysty. Przechowywać roztwór w brązowej szklanej butli (4.3).

4. APARATURA

4.1. Zlewki, 50 ml

4.2. Kolba miarowa, 100 ml

4.3. Butla z brązowego szkła, 125 ml

4.4. Płytki szklane, 10x10 cm

4.5. Łopatkę z tworzywa sztucznego

4.6. Bibuła filtracyjna, 10 × 10 cm

5. PROCEDURA

5.1. Rozsmarować część badanej próbki równomiernie na szklanej płytce (4.4), aby pokryć powierzchnię do grubości nie większej niż 1 cm.

5.2. Zanurzyć arkusz bibuły filtracyjnej (4.6) w wodzie destylowanej. Położyć bibułę na próbce i przycisnąć łopatką z tworzywa sztucznego (4.5).

5.3. Odczekać około jednej minuty i nanieść na środek bibuły filtracyjnej: dwie krople

rozcieńczonego kwasu siarkowego (3.1), a następnie dwie krople roztworu Nitrinu® (3.4).

- 5.4. Po 5 do 10 sekundach zdjęć bibułę filtracyjną i obejrzyć w świetle dziennym. Czerwonawo purpurowe zabarwienie wskazuje na obecność azotynu.

Jeśli zawartość azotynu jest niewielka, czerwonawo - purpurowa barwa zmienia się w żółtą po upływie od 5 do 15 sekund. Jeżeli zawartość azotynu jest niska, zmiana barwy z czerwonawo-purpurowej na żółtą następuje po upływie 15 sekund. Ta zmiana ma miejsce tylko po czasie jednej do dwóch minut, w przypadku dużej zawartości azotynów.

6. UWAGA

Intensywność czerwonawo-purpurowej barwy i czas, który upływa przed jej zmianą na żółtą może być wskaźnikiem zawartości azotynu w próbce.

B. OZNACZANIE

1. CEL

Metoda opisuje oznaczanie azotynów w produktach kosmetycznych.

2. DEFINICJA

Zawartość azotynów w próbce oznaczona zgodnie z niniejszą metodą jest wyrażona w % masowych azotynu sodu.

3. ZASADA

Po rozcieńczeniu próbki wodą i wyklarowaniu roztworu, azotan obecny w próbce poddany zostaje reakcji z sulfaniloamidem i N-1-naftyloetylenodwuaminą a gęstość optyczną otrzymanej barwy oznacza się przy 538 nm.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czyste do analizy.

- 4.1. Odczynniki klarujące: odczynniki te nie mogą być używane dłużej niż przez tydzień od momentu ich przygotowania.

4.1.1. Odczynnik I Carreza:

Rozpuścić 106 g 3'hydratu żelazocyjanku (II) potasowego $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ w wodzie destylowanej i rozcieńczyć wodą do 1 000 ml.

4.1.2. Odczynnik II Carreza:

Rozpuścić 219,5 g octanu cynku $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ i 30 ml lodowatego kwasu octowego w wodzie destylowanej i rozcieńczyć wodą do 1 000 ml.

4.2. Roztwór azotynu (ES) sodu:

Rozpuścić 0,500 g azotynu sodu w wodzie destylowanej w kolbie miarowej 1 000 ml

i rozcieńczyć wodą do kreski, rozcieńczyć 10,0 ml tego bazowego standardowego roztworu do 500 ml, 1 ml tego roztworu = 10 mikrogramów NaNO_2 .

4.3. 1N roztwór wodorotlenku sodu

4.4. 0,2% chlorowodoru sulfaniloamidu: rozpuścić 2,0 g sulfaniloamidu w 800 ml wody przez ogrzewanie. Schłodzić i dodać 100 ml stężonego kwasu chlorowodorowego, równocześnie mieszając. Rozcieńczyć wodą do 1 000 ml.

4.5. 5 N kwas chlorowodorowy

4.6. Odczynnik N-1- naftyl

Ten roztwór musi zostać przygotowany w dniu zastosowania. Rozpuścić 0,1 g dwuchlorowodoru N-1-naftyloetylenodwuaminy w wodzie i rozcieńczyć wodą do 100 ml.

5. APARATURA

5.1. Waga analityczna

5.2. Kolby miarowe 100, 250, 500 i 1 000 ml

5.3. Pipety ze zbiornikiem lub kalibrowane

5.4. Cylindry miarowe, 100 ml

5.5. Sączone filtracyjne karbowane o średnicy 15 cm, nie zawierające azotynów

5.6. Łaźnia wodna

5.7. Spektrofotometr z naczynkami optycznymi o długości drogi optycznej 1 cm.

5.8. Pehametr

5.9. Mikrobiureta, 10 ml

5.10. Zlewki, 250 ml

6. PROCEDURA

6.1. Odważyć około 0,5 g (m gramów) homogenizowanej próbki, z dokładnością do 0,1 mg, przenieść za pomocą gorącej wody destylowanej ilościowo do 250 ml zlewki (5.10) i uzupełnić objętość gorącą wodą destylowaną do około 150 ml. Umieścić zlewkę (5.10) w łaźni wodnej (5.6) o temperaturze 80°C na pół godziny. Podczas tego okresu, od czasu do czasu wstrząsnąć zawartość.

6.2. Schłodzić do temperatury pokojowej i dodawać kolejno, równocześnie mieszając, 2 ml odczynnika I Carreza (4.1.1) i 2 ml odczynnika II Carreza (4.1.2).

6.3. Dodawać 1N roztwór wodorotlenku sodu (4.3), aż do uzyskania pH 8.3. (Używać pehametru (5.8)). Przenieść zawartość ilościowo do 250 ml kolby miarowej (5.2) i uzupełnić do kreski wodą destylowaną.

6.4. Wymieszać zawartość i przesączyć przez sączone karbowane (5.5).

- 6.5. Przenieść pipetą (5.3) odpowiednią podwielokrotność (V ml) klarownego filtratu, lecz nie więcej niż 25 ml, do 100 ml kolby miarowej (5.2) i dodać wodę destylowaną do objętości 60 ml.
- 6.6. Po zmieszaniu dodać 10,0 ml roztworu chlorowodoru sulfaniloamidu (4.4), a następnie 6,0 ml 5N roztworu kwasu chlorowodorowego (4.5). Wymieszać i pozostawić do odstania na pięć minut. Dodać 2 ml odczynnika N-1 naftyłowego (4.6), wymieszać i pozostawić do odstania na trzy minuty. Rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.
- 6.7. Przygotować ślełą próbę, powtarzając czynności 6.5 i 6.6, bez dodawania odczynnika N-1-naftyłowego (4.6).
- 6.8. Zmierzyć za pomocą spektrofotometru (5.7) gęstość optyczną przy 538 nm ,roztworu otrzymanego według punktu 6.6, z zastosowaniem roztworu do ślepej próby (6.7) jako odniesienia.
- 6.9. Odczytać z wykresu kalibracyjnego (6.10) zawartość azotynu sodu w mikrogramach na 100 ml roztworu (m_1 mikrogramów), która odpowiada gęstości optycznej zmierzonej w punkcie 6.8.
- 6.10. Przygotować wykres kalibracyjny dla stężeń 0, 20, 40, 60, 80, 100 μg azotynu sodu w 100 ml, stosując roztwór azotynu sodu o stężeniu 10 μl na ml (4.2).

7. OBLICZENIE

Obliczyć zawartość azotynu sodu w procentach masowych, za pomocą następującego wzoru:

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

gdzie:

m = masa próbki pobranej do analizy w gramach (6.1),

m_1 = zawartość azotynu sodu w mikrogramach oznaczona w punkcie 6.9,

V = ilość mililitrów filtratu użytego do pomiaru (6.5).

8. POWTARZALNOŚĆ⁸

Dla zawartości około 0,2% m/m azotynu sodu, różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,005%.

⁸ Patrz: norma ISO 5725.

IDENTYFIKACJA I OZNACZANIE WOLNEGO FORMALDEHYDU

1. CEL I ZAKRES

Niniejsza metoda opisuje oznaczanie wolnego formaldehydu. Metoda może służyć do badania wszystkich produktów kosmetycznych i składa się z trzech części:

1.1. Identyfikacja

1.2. Ogólne oznaczanie metodą kolorometryczną z pentano-2,4-dionem.

Tej metody nie stosuje się, jeśli używany formaldehyd jest związany lub polimeryzowany, tak jak w przypadku donorów formaldehydu. Jeżeli wynik przewyższa maksymalne dozwolone stężenie, należy zastosować poniższą metodę.

1.3. Oznaczanie wodorosiarczynem

W metodzie tej nie uwzględnia się formaldehydu w związkach najbardziej związanych czy polimerycznych. Niemniej jednak, oznacza się niektóre łączenia nietrwałe (np. heksametylenotetraminę). Ponadto, w przypadku obecności roztworu buforowego, pomiar zasadowości jest trudny do wykonania.

2. DEFINICJA

Zawartość wolnego formaldehydu w próbce oznaczona według tej metody jest wyrażona w procentach masowych.

3. ZASADA

3.1. Część I - Identyfikacja

Formaldehyd w środowisku kwasu siarkowego nadaje odczynnikowi Schiffa barwę różową lub fioletowo - różową.

3.2. Część II – Oznaczanie pentano-2,4-dionem

Formaldehyd reaguje z pentano-2,4-dionem w obecności octanu amonu tworząc 3,5-dwuacetylo-1, 4-dwuhydrolutydynę. Jest ona ekstrahowana butan-1-olem, a absorbancję ekstraktu mierzy się przy 410 nm.

3.3. Część III – Oznaczanie wodorosiarczynem

Formaldehyd reaguje z wodorosiarczynem w środowisku kwaśnym, przy temperaturze 0 °C, tworząc związek addycyjny. Nadmiar protonów oznacza się za pomocą miareczkowania wodorotlenkiem sodu. Zużyte protony stanowią podstawę obliczeń mających na celu oznaczenie ilości formaldehydu. Ślepa próba bez siarczyny umożliwia pomiar zasadowości lub kwasowości środowiska.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki muszą być czyste do analizy.

4.1. Kwas octowy lodowaty

4.2. Bezwodny octan amonu

4.3. Butan-1-ol

4.4. Kwas siarkowy, około 2N

4.5. Świeżo przygotowany 0,1 M roztwór siarczynu sodu

4.6. Odczynnik Shiffa 100 mg fuksyny odważa się do zlewki i rozpuszcza w 75 ml wody, w temperaturze 80°C.

Po schłodzeniu dodaje się 2,5 g siarczynu sodu siedmiowodnego ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) i 1,5 ml stężonego kwasu chlorowodorowego ($d_4^{20} = 1,19$). Uzupełnia się wodą do 100 ml.

(Odczynnik nie nadaje się do użycia po upływie dwóch tygodni.)

4.7. Odczynnik pentano-2,4-dion

W kolbie miarowej 1 000 ml rozpuścić:

150 g octanu amonu (4.2),

2 ml pentano-2,4-dionu, świeżo destylowanego pod zmniejszonym ciśnieniem – nie powinien wykazywać absorpcji przy 410 nm)

3 ml kwasu octowego lodowatego (4.1).

Uzupełnić wodą do 1 000 ml (pH roztworu: około 6,4).

Odczynnik ten powinien być świeżo przygotowany.

4.8. Standardowy roztwór kwasu siarkowego, 0,1 N

4.9. Standardowy roztwór wodorotlenku sodu, 0,1 N

4.10. Roztwór jodu, 0,1 N

4.11. Tiosiarczan sodu, 0,1 N

4.12. Roztwór podstawowy formaldehydu

Nalać 5 g 37 – 40% roztworu formaldehydu do 1 000 ml kolby miarowej i uzupełnić do 1 000 ml.

Oznaczyć stężenie tego roztworu w następujący sposób: pobrać 10,00 ml; dodać 25,00 ml standardowego roztworu jodu 0,1 N (4.10) i 10,00 ml roztworu wodorotlenku sodu 1N.

Pozostawić do odstania na pięć minut.

Dodać 11 ml HCl 1N, a nadmiar standardowego roztworu jodu 0,1N (4.10) oznaczyć przez miareczkowanie standardowym roztworem tiosiarczanu sodu (4.11.) używając roztworu skrobi jako wskaźnika.

1 ml 0,1N roztworu jodu (4.10) odpowiada 1,5 mg formaldehydu.

4.13. Roztwór odniesienia formaldehydu

Przenieść za pomocą pipety 5,00 ml podstawowego roztworu (4.12) do 100 ml kolby pomiarowej i uzupełnić wodą demineralizowaną do 100 ml.

Przenieść za pomocą pipety 5,00 ml powyższego roztworu do 500 ml kolby pomiarowej i uzupełnić wodą demineralizowaną do 500 ml.

1 ml tego roztworu zawiera około 1 µg formaldehydu.

Obliczyć dokładną zawartość.

4.14. Roztwór tymoloftaleiny, 0,1 g/100 ml 50 % alkoholu etylowego

4.15. Roztwór odczynnika odniesienia: tak jak w przypadku odczynnika 4.7, lecz bez pentano-2-4-dionu

5. APARATURA.

5.1. Standardowe wyposażenie laboratoryjne.

5.2. Sączek do rozdzielu faz, bibuła Whatman 1PS (lub równoważna)

5.3. Wirówka.

5.4. Spektrofotometr.

5.5. naczynka szklane o długości ścieżki optycznej 1 cm.

5.6. Potencjometr z rejestratorem wykresu

5.7. Szklane / kalomelowe elektrody (zaleca się stosowanie specjalnych elektrod niskotemperaturowych).

6. PROCEDURA

6.1. **Identyfikacja**

6.1.1. Odważyć 2 g próbki analitycznej do 10 ml zlewki.

6.1.2. Dodać dwie krople 2N kwasu siarkowego (4.4) i 2 ml odczynnika Shiffa (4.6) (odczynnik w momencie zastosowania musi być całkowicie bezbarwny).

Wstrząsnąć i odstawić na pięć minut.

6.1.3. Jeżeli w ciągu pięciu minut pojawi się różowe lub purpurowo-różowe zabarwienie, formaldehyd występuje w nadmiarze wynoszącym 0,01% i trzeba go oznaczyć według procedury 6.2 oraz, w razie konieczności, według procedury 6.3.

6.2. **Oznaczanie za pomocą analizy kolorymetrycznej pentano-2,4-dionu**

6.2.1. *Roztwór próbki*

6.2.1.1. W 100 ml kolbie miarowej zważyć z dokładnością do 0,001 g ilość (w mikrogramach) próbki analitycznej, odpowiadającą przypuszczalnej zawartości formaldehydu, czyli około 150 mikrogramów.

6.2.1.2. Uzupełnić wodą demineralizowaną do 100 ml i wymieszać.

6.2.1.3. Do 50 ml kolby stożkowej Erlenmeyera dodać:

10,00 ml roztworu z 6.2.1.2,

5,00 ml odczynnika pentano-2,4-dionu (4.7),

wodę demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

6.2.2 Roztwór odniesienia

Zastosowanie takiego roztworu odniesienia eliminuje możliwą interferencję, spowodowaną barwą tła w próbce analitycznej.

Do 50 ml kolby stożkowej Erlenmeyera dodać:

10,00 ml roztworu z 6.2.1.2,

5,00 ml roztworu odczynnika odniesienia (4.15),

wodę demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

6.2.3 Roztwór do próby ślepej

Do 50 ml kolby stożkowej Erlenmeyera dodać:

5,00 ml odczynnika pentano-2,4-dionu (4.7),

wodę demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

6.2.4. Oznaczanie

6.2.4.1 Wstrząsać mieszaniny z punktów 6.2.1.3, 6.2.2 i 6.2.3 i zanurzyć na dokładnie 10 minut w łaźni wodnej, w temperaturze 60°C. Pozostawić do schłodzenia na dwie minuty w łaźni wodnej z lodem.

6.2.4.2 Przenieść mieszaniny do 50 ml rozdzielaczy zawierających po 10,00 ml butan-1-olu (4.3). Przeplukać każdą kolbę wodą w ilości 3-5 ml, a następnie dolać tę wodę do rozdzielaczy. Potrzasać energicznie mieszaniną przez dokładnie 30 sekund. Pozostawić do rozdzielenia.

6.2.4.3 Przesączyć do naczynek pomiarowych, przez sączonek do rozdziału faz. Odwirowanie (5 000 obrotów / minutę przez pięć minut) jest mniej praktyczne i dłużej trwa.

6.2.4.4. Zmierzyć gęstość optyczną A_1 ekstraktu roztworu próbki z 6.2.1.3 przy 410 nm w porównaniu z ekstraktem roztworu odniesienia 6.2.2.

6.2.4.5. Podobnie zmierzyć ekstrakt roztworu do ślepej próby z 6.2.3 w porównaniu z butan-1-olem (A_2).

Uwaga:

Wszystkie czynności muszą być wykonane w ciągu 25 minut od chwili umieszczenia kolb stożkowych Erlenmeyera w łaźni wodnej o temperaturze 60°C.

6.2.5. *Krzywa kalibracyjna*

6.2.5.1. W 50 ml kolbie stożkowej Erlenmeyera umieścić:

5,00 ml rozcieńczonego standardowego roztworu (4.13),

5,00 ml odczynnika pentano-2,4-dionu (4.7),

uzupełnić wodą demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

6.2.5.2 Dalej postępować według wskazówek przedstawionych w 6.2.4.5, zmierzyć gęstość optyczną w porównaniu z butan-1-olem (4.3).

6.2.5.3 Powtórzyć operację z 10, 15, 20 i 25 ml roztworu standardowego.

6.2.5.4. Dla otrzymania wartości zerowej, postępować jak w punkcie 6.2.4.5.

6.2.5.5. Wykreślić krzywą kalibracyjną po odjęciu wartości zerowej (6.2.4.5) od każdej gęstości optycznej, otrzymanej w 6.2.5.2 i 6.2.5.3. Prawo Beera obowiązuje do 30 µg formaldehydu.

6.3. Oznaczanie wodorosiarczynem

6.3.1. Przygotowanie próbki analitycznej

6.3.1.1. Test

W zważonej zlewce zważyć z dokładnością do 0,001 g ilość (w mg) próbki analitycznej, odpowiadającą przypuszczalnej zawartości formaldehydu, czyli od 3-20 mg.

6.3.1.2. Test odniesienia

W podobny sposób, zważyć analityczną próbkę odniesienia (w mg).

6.3.2. Oznaczanie

6.3.2.1. Umieścić 50,00 ml 0,1 M siarczynu sodu (4.5) w 100 ml zlewce i dodać 10,00 ml 0,1 N kwasu siarkowego (4.8). Wstrząsnąć.

6.3.2.2. Zanurzyć zlewkę w mieszance lodu i soli, w celu utrzymania temperatury całości na poziomie +2°C. Zlać do próbki analitycznej 6.3.1.1.

6.3.2.3. Miareczkować bezzwłocznie potencjometrycznie 0,1N wodorotlenkiem sodu (4.9), nieustannie wstrząsając i utrzymując temperaturę pomiędzy +2 a +4 °C (punkt równoważnikowy znajduje się między pH 9 i 11). V_1 oznaczamy objętość użytego 0,1N wodorotlenku sodu (4.9).

6.3.3. Ślepa próba

Zmiareczkować przygotowany dodatkowo roztwór, w sposób opisany w punkcie 6.3.2.1 i w warunkach przedstawionych w 6.3.2.

V_2 oznaczamy objętość użytego 0,1N wodorotlenku sodu (4.9).

6.3.4. Test odniesienia

Kwasowość lub zasadowość próbki oznacza się za pomocą miareczkowania potencjometrycznego 0,1N wodorotlenkiem sodu (4.9) lub 0,1N kwasem siarkowym

(4.8) w próbce analitycznej „m”. „objętość” oznaczamy objętość użytego 0,1N wodorotlenku sodu lub kwasu siarkowego 0,1N.

6.3.5. *Uwagi*

Istotne jest dokładne przestrzeganie warunków testu.

Możliwe jest oznaczenie obecności tymoloftaleiny (4.14) jako wskaźnika.

7. PRZEDSTAWIENIE WYNIKÓW

7.1. **Obliczenie dla metody kolorymetrycznej**

7.1.1. Odjąć A_2 od A_1 i odczytać z krzywej kalibracyjnej (6.2.5.5.) ilość C formaldehydu w mikrogramach, w roztworze analizowanej próbki (6.2.1.3).

7.1.2. Obliczyć zawartość procentową formaldehydu w masie próbki (% m/m) według następującego wzoru:

$$\text{zawartość formaldehydu w \%} = \frac{C}{10^3 \times m}$$

7.2. **Obliczenie dla metody miareczkowania wodorosiarczynem**

Odnieść objętość 0,1N wodorotlenku sodu (4.9) lub 0,1N kwasu siarkowego (4.8), użytego do testu odniesienia, do masy m:

$$V = \frac{V^1 \cdot m}{m^1}$$

Dla produktu obojętnego, wartość „v” wynosi oczywiście zero.

7.2.1. W przypadku produktu kwasowego:

$$\text{zawartość formaldehydu w \%} = \frac{0 \cdot 30 \cdot (V_2 - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. W przypadku produktu zasadowego:

$$\text{zawartość formaldehydu w \%} = \frac{0 \cdot 30 \cdot (V_2 - V_1 - v)}{m}$$

7.3. **Uwaga**

Jeżeli wyniki dwóch metod różnią się od siebie, uwzględnia się tylko wartość niższą.

8. POWTARZALNOŚĆ⁹

W przypadku zawartości formaldehydu w ilości 0,2%, różnica w wynikach dwóch równoległych oznaczeń, wykonanych na tej samej próbce, w metodzie kolorymetrycznej nie może przekraczać 0,005%, a 0,05% w metodzie wodorosiarczynowej.

OZNACZANIE REZORCYNY W SZAMPONACH I PŁYNACH DO WŁOSÓW

1. CEL I ZAKRES

Podaną metodą chromatografii gazowej oznacza się rezorcynę w szamponach i płynach do włosów. Metoda jest odpowiednia dla stężeń od 0,1-2,0% w masie próbki.

2. DEFINICJA

Zawartość rezorcyny w próbce określona tą metodą jest wyrażana w procentach masowych.

3. ZASADA

Rezorcynę i 3,5-dwuhydroksytoluen (5-metylorezorcyna), dodawane jako standard wewnętrzny, wydziela się z próbki metodą chromatografii cienkowarstwowej. Oba związki są izolowane przez zdrapywanie ich plam z płytki cienkowarstwowej i ekstrahowanie metanolem. Na zakończenie, ekstrahowane związki suszy się, siluluje i oznacza metodą chromatografii gazowej.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki muszą być czyste do analizy.

4.1. Kwas chlorowodorowy, 25% (m/m)

4.2. Metanol

4.3. Etanol, 96% (v/v)

4.4. Gotowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej (TLC), pokryte żelem krzemionkowym, ze sztucznego tworzywa lub aluminiowe, ze wskaźnikiem fluorescencyjnym. Dezaktywację przeprowadza się w następujący sposób: spryskiwać wodą standardowe płytki, pokryte żelem krzemionkowym, do chwili, aż staną się szkliste. Pozostawić spryskane płytki do wyschnięcia w temperaturze pokojowej na jedną do trzech godzin.

Uwaga

⁹ Patrz: norma ISO 5725.

Jeśli płytki nie zostaną dezaktywowane, mogą wystąpić straty rezorcyny na skutek nieodwracalnej adsorpcji na żelu krzemionkowym.

- 4.5. Roztwór rozwijający; aceton - chloroform -kwas octowy (20:75:5 obj.).
- 4.6. Standardowy roztwór rezorcyny: rozpuścić 400 mg rezorcyny w 100 ml 96% etanolu (4.3.) (1 ml odpowiada 4.000 µg rezorcyny).
- 4.7. Roztwór standardu wewnętrznego: rozpuścić 400 mg 3,5-dwuhydroksytoluenu (DHT) w 100 ml 96% etanolu (4.3.) (1 ml odpowiada 4.000 µg DHT).
- 4.8. Mieszanina standardowa; zmieszać 10 ml roztworu 4.6. i 10 ml roztworu 4.7 w 100 ml kolbie miarowej, uzupełnić 96% etanolem (4.3.) do kreski i wymieszać, (1 ml odpowiada 400 µg rezorcyny i 400 µg DHT).
- 4.9. Środki sililujące:
 - 4.9.1. N, O-bis-(trójmetylosililo) trójfluoroacetamid (BSTFA)
 - 4.9.2. Heksametylodwusilazan(HMDS)
 - 4.9.3. Trójmetylochlorosilan (TMCS).
5. APARATURA
 - 5.1. Zwyczajne wyposażenie do chromatografii cienkowarstwowej i gazowej
 - 5.2. Szkło laboratoryjne.
6. PROCEDURA
 - 6.1. Przygotowanie próbki
 - 6.1.1. Zważyć dokładnie do 150 ml zlewki próbkę analityczną (m gramów) produktu, która zawiera około 20 do 50 mg rezorcyny.
 - 6.1.2. Zakwaszać kwasem solnym (4. 1.) do momentu, kiedy mieszanina stanie się kwaśna (średnio potrzeba 2 do 4 ml), dodać 10 ml (40 mg DHT) roztworu standardowego wewnętrznego (4.7.) i wymieszać. Przenieść do 100 ml kolby miarowej z etanolem (4.3), uzupełnić do kreski etanolem i wymieszać.
 - 6.1.3. Nanieść 250 µl roztworu (6.1.2) na dezaktywowaną płytkę z żelem krzemionkowym (4.4.), w formie ciągłej linii o długości około 8 cm. Należy zadbać o to, aby linia była możliwie jak najwęższa.
 - 6.1.4. Nanieść 250 µl mieszaniny standardowej (4.8) na tę samą płytkę, w taki sam sposób jak w punkcie (6.1.3).
 - 6.1.5. Nakropić w dwóch punktach linii początkowej po 5 µl każdego z roztworów 4.6. i 4.7., w celu łatwiejszego umiejscowienia po rozwinięciu płytki.
 - 6.1.6. Rozwijać płytkę w komorze pozbawionej podkładu (nienasyconej), wypełnionej rozpuszczalnikiem rozwijającym 4.5., do momentu, w którym czoło rozpuszczalnika

osiągnie linię w odległości 12 cm od linii początkowej; zwykle trwa to około 45 minut. Wysuszyć płytkę na powietrzu i umiejscowić strefę rezorcyny/DHT w świetle nadfioletowym o krótkich falach (254 nm). Oba związki mają w przybliżeniu te same wartości R_f . Oznaczyć pasma ołówkiem, w odległości 2 mm od zewnętrznej linii brzegowej pasm. Usunąć te strefy z płytki i zebrać adsorbent z każdego pasma do kolby 10 ml.

- 6.1.7. Ekstrahować adsorbent zawierający próbkę i adsorbent zawierający mieszaninę standardową w następujący sposób:
dodać 2 ml metanolu (4.2.) i ekstrahować przez godzinę, nieustannie mieszając. Przesączyć mieszaninę i powtórzyć ekstrakcję przez kolejne 15 minut z 2 ml metanolu.
- 6.1.8. Połączyć ekstrakty i odparować rozpuszczalnik susząc przez noc w eksykatorze zawierającym odpowiedni środek suszący. Nie stosować ogrzewania.
- 6.1.9. Sililować pozostałości (6.1.8) stosownie do wskazówek w punktach 6.1.9.1 lub 6.1.9.2.
- 6.1.9.1. Dodać 200 μ l BSTFA (4.9.1) mikrostrzykawką i pozostawić mieszaninę w zamkniętym naczyniu na 12 godzin, w temperaturze pokojowej.
- 6.1.9.2. Dodać kolejno 200 μ l HMDS (4.9.2) i 100 μ l TMCS (4.9.3) mikrostrzykawką i ogrzewać mieszaninę przez 30 minut, w temperaturze 60°C, w zamkniętym naczyniu. Mieszaninę schłodzić.

6.2. Chromatografia gazowa

6.2.1. Warunki chromatograficzne

Kolumna musi mieć zdolność rozdzielczą R równą lub większą niż 1,5, gdzie:

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

gdzie:

r_1 i r_2 = czasy retencji w minutach dwóch pików,

w_1 i w_2 = szerokość tych dwóch pików w połowie wysokości w mm,

d' = szybkość przesuwu papieru w mm na minutę.

Następujące kolumny i warunki chromatografii gazowej uznano za odpowiednie:

Kolumna	materiał:	stal nierdzewna
	długość:	200 cm
	średnica wewnętrzna:	~ 3
	wypełnienie:	10% OV-17 na Chromosorbie WAW 100 do 120 oczek mm

Detektor płomieniowo-jonizacyjny

Temperatury:

kolumna:	185°C (izotermiczna)
detektor:	250°C
dozownik:	250°C

Gaz nośny: azot

Przepływ: 45 ml/min.

Dla ustawienia przepływów wodoru i powietrza należy przestrzegać instrukcji producenta.

- 6.2.2. Wprowadzić strzykawką 1 do 3 μ l roztworów otrzymanych w punkcie 6.1.9 do chromatografu gazowego. Wykonać pięć iniekcji dla każdego roztworu (6.1.9), zmierzyć powierzchnię pików, obliczyć średnią wartość i stosunek powierzchni pików: $S = \text{powierzchnia piku rezorcyny} / \text{powierzchnia piku DHT}$.

7. OBLICZENIE

Stężenie rezorcyny w próbce, w procentach masowych (% m/m), jest wyrażone wzorem:

$$\% \text{ (m/m) rezorcyny} = \frac{4}{M} \times \frac{S_{\text{próbki}}}{S_{\text{mieszaniny standardowej}}}$$

gdzie:

M	=	próbka analityczna w gramach (6.1.1),
$S_{\text{próbki}}$	=	średni stosunek powierzchni pików według 6.2.2 dla roztworu próbki,
$S_{\text{mieszaniny standardowej}}$	=	średni stosunek powierzchni pików według 6.2.2 dla mieszaniny standardowej.

8. POWTARZALNOŚĆ¹⁰

Dla zawartości rezorcyny około 0,5%, różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń, wykonanych dla tej samej próbki, nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,025%.

OZNACZANIE METANOLU W STOSUNKU DO ETANOLU LUB PROPAN-2-OLU

1. CEL I ZAKRES

Metoda opisuje analizę metanolu metodą chromatografii gazowej we wszystkich produktach kosmetycznych (łącznie z aerozolowymi).

Oznaczać można względne poziomy stężenie 0-10%.

2. DEFINICJA

Zawartość metanolu oznaczana tą metodą wyrażana jest w procentach masowych metanolu w stosunku do etanolu lub propan-2-olu.

3. ZASADA

Oznaczanie wykonuje się metodą chromatografii gazowej.

4. ODCZYNNIKI

Należy używać odczynników czystych do analizy.

4.1. Metanol

4.2. Absolutny etanol

4.3. Propan-2-ol.

4.4. Chloroform, wolny od alkoholi poprzez przemycie wodą.

5. APARATURA

5.1. Chromatograf gazowy:

z detektorem katarometrycznym dla próbek aerozoli,

z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym dla próbek nieaerozolowych.

5.2. Kolby miarowe, 100 ml

5.3. Pipety, 2 ml, 20 ml, 0-1 ml

5.4. Mikrostrzykawki 0 do 100 µl i 0 do 5 µl

oraz (tylko dla próbek aerozolowych) specjalne gazoszczelne strzykawki z zaworem suwakowym (patrz: procedura pobierania próbek, rysunek 5¹¹).

6. PROCEDURA

¹⁰ Patrz: norma ISO 5725.

¹¹ Dz. U. nr L 383 z 31.12.1980, str. 27.

6.1. Przygotowanie próbek

- 6.1.1. Próbki wyrobów aerozolowych przygotowuje się zgodnie z przepisami rozdziału II załącznika do pierwszej dyrektywy Komisji z dnia 22 grudnia 1980 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (80/1335/EWG) (Dz. Urz. WE L 383 z 31.12.1980, str. 27; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 6, str. 109 oraz Dz. Urz. WE L 57 z 27.02.1987, str. 56; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 8, str. 268), zwanej dalej „dyrektywą 80/1335/EWG”, a następnie poddaje się je analizie metodą chromatografii gazowej, w warunkach przedstawionych w punkcie 6.2.1.
- 6.1.2. Próbki wyrobów nie aerozolowych, przygotowane zgodnie z wymienionym powyżej rozdziałem II, rozcieńcza się wodą do poziomu stężenia od 1 do 2% etanolu lub propan-2-olu, a następnie poddaje się je analizie metodą chromatografii gazowej, w warunkach przedstawionych w punkcie 6.2.2.

6.2 Chromatografia gazowa

- 6.2.1. Dla próbek aerozolowych używa się detektora katarometrycznego.

- 6.2.1.1. Wypełnienie kolumny: 10% Hallcomid M 18 na Chromosorbie WAW ,100 do 200 mesh.

- 6.2.1.2. Kolumna musi mieć zdolność rozdzielczą R równą lub większą niż 1,5, gdzie:

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

gdzie:

- r_1 i r_2 = czasy retencji w minutach dla dwóch pików,
 w_1 i w_2 = szerokość tych dwóch pików w połowie wysokości,
 d' = szybkość przesuwu papieru w mm na minutę.

- 6.2.1.3. Na uzyskanie tej rozdzielczości pozwalają następujące warunki:

Kolumna	materiał:	stal nierdzewna
	długość:	od 3-5 metrów
	średnica:	3 mm
Natężenie prądu mostka katarometru:		150 mA,
Gaz nośny:		hel
ciśnienie:		2,5 bar
przepływ:		45 ml/min

Temperatury:

dozownik: 150°C

detektor: 150°C

piec kolumny: 65°C

Dokładność pomiarów powierzchni pików można poprawić poprzez zastosowanie całkowania elektronicznego.

6.1.3. Dla próbek nie aerozolowych:

6.2.2.1. Kolumnę wypełnia się: Chromosorb 105 lub Porapak QS, oraz stosuje się detektor płomieniowo - jonizacyjny.

6.2.2.2. Kolumna musi mieć zdolność rozdzielczą R równą lub większą niż 1,5 gdzie:

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

gdzie:

r_1 i r_2 = czasy retencji w minutach dla dwóch pików,

w_1 i w_2 = szerokości tych dwóch pików w połowie wysokości w mm,

d' = szybkość przesuwu papieru w mm na minutę.

6.2.2.3. Tę rozdzielczość uzyskano w następujących warunkach:

Kolumna materiał: stal nierdzewna

długość: 2 metry

średnica: 3 mm

Czułość elektrometru: 8×10^{-10} A

Gazy:

nośnik: azot

ciśnienie: 2,1 bar

przepływ: 40 ml/min

Gaz pomocniczy: wodór

ciśnienie: 1,5 bar

przepływ - 20 ml/min

Temperatury:

dozownik: 150°C

detektor: 230°C

piec kolumny: 120–130°C

7. STANDARDOWY WYKRES

- 7.1. W celu wykonania analizy metodą chromatografii gazowej według 6.2.1 (kolumna Hallcomid M 18), należy stosować poniższe mieszaniny standardowe. Mieszaniny przygotowuje się przez odmierzenie pipetami, lecz należy ustalić dokładną ilość składnika przez bezpośrednie zważenie pipety lub kolby po każdym dodaniu składnika.

Stężenie względne (m/m%)	Metanol (ml)	Etanol lub propan-2-ol (ml)	Chloroform dodany do objętości (ml)
w przybliżeniu 2,5%	0,5	20	100 ml
w przybliżeniu 5,0%	1,0	20	100 ml
w przybliżeniu 7,5%	1,5	20	100 ml
w przybliżeniu 10,0%	2,0	20	100 ml

Wprowadzić 2 do 3 μ l do chromatografu, stosując warunki podane w punkcie 6.2.1.
Obliczyć stosunek powierzchni pików (metanol / etanol) lub (metanol / propan-2-ol) dla wszystkich mieszanin.

Wykreślić standardowy wykres z użyciem oznaczeń:

oś X: % metanolu w stosunku do etanolu lub propan-2-olu,

oś Y: stosunek powierzchni pików (metanol / etanol) lub (metanol / propan-2-ol).

- 7.2. W celu wykonania analizy metodą chromatografii gazowej według punktu 6.2.2 (kolumna Porapak QS lub Chromosorb 105), należy stosować poniższe mieszaniny standardowe. Mieszaniny przygotowuje się przez odmierzanie mikrostrzykawką i pipetą, lecz należy ustalić dokładną ilość składnika przez bezpośrednie zważenie pipety lub kolby po każdym dodaniu składnika.

Stężenie względne (mm%)	Metanol (ml)	Etanol lub propan-2-ol (ml)	Woda dodana do objętości (ml)
w przybliżeniu 2,5%	50	2	100 ml
w przybliżeniu 5,0%	100	2	100 ml
w przybliżeniu 7,5%	150	2	100 ml
w przybliżeniu 10,0%	200	2	100 ml

Wprowadzić 2 do 3 μ l do chromatografu, stosując warunki podane w punkcie 6.2.2.
Obliczyć stosunek powierzchni pików (metanol / etanol) lub (metanol / propan-2-ol) dla wszystkich mieszanin.

Wykreślić standardowy wykres z użyciem oznaczeń:

oś X: % metanolu w stosunku do etanolu lub propan-2-olu

oś Y: stosunek powierzchni pików (metanol / etanol) lub (metanol / propan-2-ol).

7.3. Standardowy wykres musi być linią prostą.

8. POWTARZALNOŚĆ¹²

Dla zawartości metanolu 5% w stosunku do etanolu lub propan-2-olu, różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń, wykonanych dla tej samej próbki, nie powinna przekraczać 0,25%.

¹² Patrz: norma ISO 5725.

OZNACZANIE DICHLOROMETANU i 1,1,1-TRICHLOROETANU

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Przedstawiona metoda obejmuje oznaczanie dichlorometanu (chlorek metylenu) i 1,1,1-trichloroetanu (chloroform metylowy) we wszystkich produktach kosmetycznych mogących zawierać te rozpuszczalniki.

2. DEFINICJA

Zawartość dichlorometanu i 1, 1, 1-trichloroetanu w próbce wyrobu oznaczana zgodnie z tą metodą jest wyrażona w procentach masowych.

3. ZASADA

W metodzie używana jest chromatografia gazowa z chloroformem jako wewnętrznym standardem.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

- 4.1. Chloroform(CHCl_3).
- 4.2. Czterochlorek węgla (CCl_4).
- 4.3. Dichlorometan (CH_2Cl_2).
- 4.4. 1,1,1-trichloroetan(CH_3CCl_3).
- 4.5. Aceton.
- 4.6. Azot.

5. APARATURA

- 5.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.
- 5.2. Chromatograf gazowy wyposażony w detektor przewodnictwa cieplnego.
- 5.3. Butelka do przenoszenia, 50-100 ml (patrz pobieranie próbek 5.3.)⁵.
- 5.4. Ciśnieniowa strzykawka gazowa, 25 lub 50 μl (patrz metoda pobierania próbek 5.4.2.2)¹.

6. PROCEDURA

- 6.1. Próbką pod normalnym ciśnieniem: odważyć dokładnie próbkę w kolbie stożkowej zamykanej korkiem. Wprowadzić dokładnie zważoną ilość chloroformu (4.1) jako standard wewnętrzny równoważny przewidywanej ilości dichlorometanu i 1,1,1-trichloroetanu zawartych w próbce. Dokładnie wymieszać.
- 6.2. Próbką pod zwiększonym ciśnieniem: zastosować metodę pobierania próbek opisaną w rozdziale o pobieraniu próbek, ale z następującymi poprawkami:

⁵ Dz.U. nr L 383 z 31.12.1980, str. 27.

- 6.2.1. Po przeniesieniu próbki do butelki do przenoszenia (5.3), wprowadzić następnie do tej butelki pewną objętość chloroformu (4.1) jako standard wewnętrzny, równoważny przewidywanej ilości dichlorometanu i/lub 1,1,1-trichloroetanu zawartych w próbce. Dokładnie wymieszać. Przemyć martwą objętość zaworu 0,5 ml czterochlorku węgla (4.2). Po wysuszeniu, oznaczyć różnicowo dokładnie dodaną masę standardu wewnętrznego.
- 6.2.2. Po napełnieniu strzykawki próbką, dysza strzykawki powinna być przepłukana azotem (4.6), tak aby żadna pozostałość próbki nie została w niej przed wprowadzeniem do chromatografu.
- 6.2.3. Po każdym pobraniu próbki, powierzchnie zaworu i części przenoszącej powinny być przepłukane kilkakrotnie acetonem (4.5) (z użyciem strzykawki do iniekcji podskórnych) i wysuszone dokładnie azotem (4.6).
- 6.2.4. Dla każdej analizy należy wykonać pomiary z użyciem dwóch różnych butelek do przenoszenia i powtarzać pięciokrotnie pomiary dla każdej butelki.

7. WARUNKI ANALIZY CHROMATOGRAFICZNEJ

7.1. *Kolumna wstępna:*

Połączenie rurowe: stal nierdzewna.

Długość: 300 mm.

Średnica: 3 lub 6 mm.

Wypełnienie: to samo, które jest używane do wypełnienia kolumny analitycznej.

7.2. *Kolumna*

Faza stacjonarna jest przygotowana z Hallcomidu M 18 osadzonego na chromosorbie. Kolumna powinna mieć zdolność rozdzielczą „R” równą lub wyższą niż 1,5, gdzie

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

przyjęto:

r_1 i r_2 : = czasy retencji (w minutach),

W_1 i W_2 : = szerokości piku w połowie wysokości (w milimetrach),

d' = szybkość przesuwu papieru (w milimetrach na minutę).

7.3. Jako przykład poniższe kolumny dały oczekiwane wyniki:

<i>Kolumna</i>	<i>I</i>	<i>II</i>
Materiał:	Rurka ze stali nierdzewnej	Rurka ze stali nierdzewnej
Długość:	350 cm	400 cm
Średnica:	3 mm	6 mm
Nośnik:		
chromosorb:	WAW	WAW-DMCS-HP
analiza sitowa	100-120 oczek	60-80 oczek
Faza stacjonarna:	Hallcomid M18, 10%	Hallcomid M18, 20%

Warunki temperaturowe mogą się różnić zależnie od aparatu. W przykładach ustalono je następująco:

<i>Kolumna</i>	<i>I</i>	<i>II</i>
Temperatury:		
kolumna:	65°C	75°C
dozownik:	150°C	125°C
detektor:	150°C	200°C
Gaz nośny:		
szybkość	45 ml/min	60 ml/min
ciśnienie wlotowe	2,5 bara	2 bary
Dozowanie:	15 µl	15 µl

8. MIESZANINA DO USTALENIA WSPÓŁCZYNNIKÓW REAKCJI

Sporządzić następującą, dokładnie odważoną mieszaninę w kolbie stożkowej z korkiem:

Dichlorometan (4.3), 30% (m/m).

1,1,1-trichloroetan (4.4), 35% (m/m).

Chloroform (4. 1), 35% (m/m).

9. OBLICZENIA

9.1. **Obliczenie współczynnika reakcji substancji „p” w stosunku do substancji „a” wybranej jako standard wewnętrzny**

Podać najpierw dane o pierwszej substancji oznaczonej „p”, gdzie:

k_p = jej współczynnik reakcji,

m_p = jej masa w mieszaninie,

A_p = powierzchnia jej piku.

Następnie dane o substancji „a”, przyjmując:

k_a = jej współczynnik reakcji,

M_a = jej masa w mieszaninie,

A_a = powierzchnia jej piku,

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

zatem:

Przykładowo otrzymano następujące współczynniki reakcji (przyjmując dla chloroformu $k = 1$) dla:

Dichlorometanu: $k_1 = 0,78 \pm 0,03$

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

9.2. **Obliczyć obecność w % (m/m) dichlorometanu i 1,1,1-trichloroetanu w analizowanej próbce**

Przyjmując:

m_a = masa (w gramach) wprowadzonego chloroformu,

M_s = masa (w gramach) analizowanej próbki,

A_a = powierzchnia piku chloroformu,

A_1 = powierzchnia piku dichlorometanu,

A_2 = powierzchnia piku 1,1,1-trichloroetanu,

wtedy:

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

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

10. POWTARZALNOŚĆ⁶

Dla zawartości dichlorometanu i/lub 1,1,1-trichloroetanu 25% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać wartości 2,5% (m/m).

**IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE CHINOLIN-8-OLU I SIARCZANU BIS
(8-HYDROKSYCHINOLINY)**

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda opisuje identyfikowanie i ilościowe oznaczanie chinolin-8-olu i siarczanu bis(8-hydroksychinoliny).

2. DEFINICJA

Zawartość chinolin-8-olu i siarczanu bis(8-hydroksychinoliny) w próbce wyrobu oznaczana zgodnie z tą metodą jest wyrażona w procentach masowych chinolin-8-olu.

3. ZASADA

3.1. *Identyfikowanie*

Identyfikowanie wykonuje się metodą chromatografii cienkowarstwowej.

3.2. *Oznaczanie*

Oznaczanie przeprowadza się metodą spektrometryczną przez pomiar gęstości optycznej przy 410 nm kompleksu otrzymanego w reakcji z roztworem Fehlinga.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. Chinolin-8-ol.

4.2. Benzen. Ze względu na jego toksyczność należy przedsięwziąć środki ostrożności podczas pracy z benzenem.

4.3. Chloroform.

4.4. Wodny roztwór wodorotlenku sodu, 50% (m/m).

4.5. Pentahydrat siarczanu miedzi.

4.6. Winian sodowo - potasowy.

4.7. M roztwór kwasu solnego.

4.8. 0,5 M roztwór kwasu siarkowego.

⁶ Norma ISO 5725.

4.9. M roztwór wodorotlenku sodu.

4.10. Etanol.

4.11. Butan-1-ol.

4.12. Kwas octowy lodowaty.

4.13. 0,1 M roztwór kwasu solnego.

4.14. „Celit 545” lub równoważny.

4.15. **Roztwory standardowe**

4.15.1. Odważyć 100mg chinolin-8-olu (4.1) w 100 ml kolbie miarowej. Rozpuścić w małej ilości kwasu siarkowego (4.8). Uzupełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego (4.8).

4.15.2. Odważyć 100 mg chinolin-8-olu w 100 ml kolbie miarowej. Rozpuścić w etanolu (4.10). Uzupełnić do kreski etanolem (4.10) i wymieszać.

4.16. **Roztwór Fehlinga**

Roztwór A

Odważyć 7 g pentahydratu siarczynu miedzi (4.5) w 100 ml kolbie miarowej. Rozpuścić w małej ilości wody. Uzupełnić do kreski wodą i wymieszać.

Roztwór B

Odważyć 35 g winianu sodowo - potasowego (4.6) w 100 ml kolbie miarowej. Rozpuścić w 50 ml wody. Dodać 20 ml wodorotlenku sodu (4.4). Uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Bezpośrednio przed analizą przenieść po 10 ml roztworu A i roztworu B do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić do kreski i wymieszać.

4.17. **Roztwory wmywające do chromatografii cienkowarstwowej**

I: Butan-1-ol (4.11) / kwas octowy (4.12) / woda (80:20:20; v/v/v).

II: Chloroform (4.13) / kwas octowy (4.12) (95:5; v/v).

4.18. 2,6-dichloro-4-(chloroimino)cykloheksa-2,5-dienon, 1% (m/v) roztwór etanolu (4.10).

4.19. Węglan sodu, 1% (m/v) roztwór wodny.

4.20. Etanol (4.10), 30% (v/v) roztwór wodny.

4.21. Etylenodiaminotetraoctan disodu, 5% (m/v) roztwór wodny.

4.22. **Roztwór buforowy o pH = 7**

Odważyć 27 g bezwodnego diwodoroortofosforanu potasu i 70 g trihydratu wodoroortofosforanu disodu w jednolitrowej kolbie miarowej. Uzupełnić wodą do kreski.

4.23. **Gotowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej**

Gotowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej o grubości 0,25 mm (na przykład Merck Kieselgel 60 lub równoważne). Przed użyciem spryskać 10 ml odczynnika (4.2.1) i wysuszyć w 80°C.

5. APARATURA

- 5.1. 100 ml kolba okrągłodenna ze szlifem.
- 5.2. Kolby miarowe.
- 5.3. Pipety kalibrowane, 10 i 5 ml.
- 5.4. Pipety ze zbiornikiem gruszkowym, 20, 15, 10 i 5ml.
- 5.5. Rozdzielacze, 100, 50 i 25 ml.
- 5.6. Karbowana bibuła filtracyjna, średnica 90 mm.
- 5.7. Obrotowy aparat wyparny.
- 5.8. Chłodnica zwrotna ze szlifem.
- 5.9. Spektrofotometr.
- 5.10. Naczynka pomiarowe o długości drogi optycznej 10 mm.
- 5.11. Mieszadło magnetyczne z ogrzewaniem.
- 5.12. Wymiary szklanej kolumny chromatograficznej: długość 160 mm, średnica 8 mm, przewężenie w dolnym końcu zawiera tampon z waty szklanej, a w górnym końcu łącznik do podłączenia dopływu zwiększonego ciśnienia.

6. PROCEDURA

6.1. **Identyfikowanie**

6.1.1. *Próbki ciekłe*

- 6.1.1.1. Odczyn części badanej próbki doprowadza się do pH = 7,5 i nanosi się 10 µl na linię bazową przygotowanej uprzednio płytki cienkowarstwowej z żelem krzemionkowym (4.23).
- 6.1.1.2. 10 i 30 µl roztworu standardowego (4.15.2) nanosi się w dwóch dodatkowych punktach linii początkowej, po czym chromatogram na płytce jest rozwijany w jednym z dwóch roztworów wymywających (4.17).
- 6.1.1.3. Kiedy czoło rozpuszczalnika osiągnie 150 mm, płytkę suszy się w 110°C (w ciągu 15 minut). W świetle lampy UV (366 nm) plamy chinolin-8-olu dają żółtą fluorescencję.
- 6.1.1.4. Spryskać płytkę roztworem węglanu sodu (4.19). Wysuszyć i spryskać roztworem 2,6-dichloro-4-(chloroimino)-cykloheksa-2,5-dienonu (4.18). Chinolin-8-ol staje się widoczny w postaci niebieskiej plamy.

6.1.2. *Próbki stałe lub kremy*

- 6.1.2.1. Zawiesić 1 g próbki w 5 ml roztworu buforowego (4.22). Następnie przenieść z 10 ml chloroformu (4.3) do rozdzielacza i wytrząsnąć. Po oddzieleniu warstwy chloroformowej, warstwę wodną ekstrahować jeszcze dwa razy po 10 ml chloroformu (4.3). Odparować połączone i przesączone ekstrakty chloroformowe prawie do sucha w 100 ml kolbie okrągłodennej (5.1) na wyparce obrotowej (5.7). Rozpuścić pozostałość w 2 ml chloroformu (4.3) i nanieść po 10 i 30 μ l otrzymanego roztworu na płytkę do chromatografii cienkowarstwowej z żelem krzemionkowym (4.23) i postępować dalej zgodnie z metodą opisaną w ppkt. 6.1.1.1.
- 6.1.2.2. Nanieść 10 i 30 μ l roztworu standardowego (4.15.2) na płytkę i kontynuować postępowanie zgodnie z opisem w ppkt. 6.1.1.2.-6.1.1.4.

6.2. **Oznaczanie**

6.2.1. *Próbki ciekłe*

- 6.2.1.1. Odważyć 5 g próbki w 100 ml kolbie okrągłodennej. Dodać 1 ml roztworu kwasu siarkowego (4.8) i odparować mieszaninę prawie do sucha pod zmniejszonym ciśnieniem w 50°C.
- 6.2.1.2. Rozpuścić tą pozostałość w 20 ml ciepłej wody. Przenieść do 100 ml kolby miarowej. Przepłukać trzykrotnie 20 ml wody. Uzupełnić do 100 ml wodą i wymieszać.
- 6.2.1.3. Wprowadzić pipetą 5 ml tego roztworu do 50 ml rozdzielacza (5.5). Dodać 10 ml roztworu Fehlinga (4.16). Ekstrahować otrzymany kompleks chinolin-8-olu miedzi [w ISO: Cu-oksyna] trzykrotnie po 8 ml chloroformu (4.3).
- 6.2.1.4. Przesączyć i zebrać warstwy chloroformowe w 25 ml kolbie miarowej (5.2). Uzupełnić do kreski chloroformem (4.3) i wytrząsnąć. Zmierzyć gęstość optyczną żółtego roztworu w porównaniu z chloroformem przy 410 nm.

6.2.2. *Próbki stałe lub kremy*

- 6.2.2.1. Odważyć 0,500 g próbki w 100 ml kolbie okrągłodennej (4.1). Dodać 30 ml benzenu (4.2) i 20 ml kwasu solnego (4.7). Ogrzewać zawartość kolby do wrzenia pod chłodnicą zwrotną, z mieszaniem w ciągu 30 minut.
- 6.2.2.2. Przenieść zawartość kolby do 100 ml rozdzielacza (5.5). Popłukać 5 ml 1 N kwasu solnego (4.7). Przenieść fazę wodną do kolby okrągłodennej (5.1) i przemyć warstwę benzenową 5 ml kwasu solnego (4.7).
- 6.2.2.3. W przypadku emulsji, które utrudniają dalsze działania, zmieszać 0,500 g próbki z 2 g Celitu 545 (4.1.4) do utworzenia sypkiego proszku. Przenieść mieszaninę w

małych porcjach na szklaną kolumnę chromatograficzną (5.12).

Po każdym dodaniu mieszaniny ubijać wypełnienie kolumny do dołu. Natychmiast po przeniesieniu całej mieszaniny do kolumny, należy wymywać ją kwasem solnym (4.13) w taki sposób, aby otrzymać 10 ml eluatu średnio w ciągu 10 minut (jeśli to konieczne, elucję można wykonać pod niewielkim ciśnieniem azotu). Podczas eluowania należy się upewnić, że pewna warstwa kwasu solnego zawsze znajduje się powyżej wypełnienia kolumny. Pierwsze 10 ml eluatu jest następnie poddane postępowaniu opisanemu w ppkt. 6.2.2.4.

- 6.2.2.4. Odparować zebrane warstwy wodne (6.2.2.2) lub eluaty (6.2.2.3) prawie do sucha w wyparce rotacyjnej pod zmniejszonym ciśnieniem.
- 6.2.2.5. Rozpuścić pozostałość w 6 ml roztworu wodorotlenku sodu (4.9). Dodać 20 ml roztworu Fehlinga (4.16) i przenieść zawartość kolby do 50 ml rozdzielacza (5.5). Popłukać kolbę 8 ml chloroformu (4.3). Wytrząsnąć i przesączyć warstwę chloroformową do 50 ml kolby miarowej (5.2).
- 6.2.2.6. Powtórzyć trzykrotnie ekstrakcję chloroformem (4.3). Przesączyć warstwy chloroformowe i zebrać w 50 ml kolbie miarowej. Uzupełnić do kreski chloroformem (4.3) i wytrząsnąć. Zmierzyć gęstość optyczną żółtego roztworu w porównaniu z chloroformem (4.3) przy 410 nm.

7. KRZYWA STANDARDOWA

Do czterech 100 ml kolb okrągłodennych (5.1), każdej zawierającej 3 ml 30% wodnego roztworu etanolu (4.20) dodać pipetą porcje po 5, 10, 15 i 20 ml roztworu standardowego (4.15.1) odpowiadające 5, 10, 15 i 20 mg chinolin-8-olu. Postępować zgodnie z opisem w ppkt. 6.2.1.

8. OBLICZENIE

8.1. *Próbki ciekłe*

$$\text{Zawartość chinolin-8-olu (w \% m/m)} = \frac{a}{m} \times 100$$

gdzie:

a = ilość miligramów chinolin-8-olu odczytana z krzywej standardowej (7),

m = ilość (w miligramach) próbki analitycznej (6.2.1.1).

8.2. *Próbki stałe lub kremy*

$$\text{Zawartość chinolin-8-olu (w \% m/m)} = \frac{2a}{m} \times 100$$

gdzie:

a = ilość miligramów chinolin-8-olu odczytana z krzywej standardowej (7),

m = ilość (w miligramach) próbki analitycznej (6.2.2.1).

9. POWTARZALNOŚĆ⁷

Dla zawartości około 0,3% chinolin-8-olu, różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,02%.

OZNACZANIE AMONIAKU

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Celem metody jest oznaczanie wolnego amoniaku w produktach kosmetycznych.

2. DEFINICJA

Zawartość amoniaku w próbce wyrobu jest wyrażona w procentach masowych amoniaku.

3. ZASADA

Roztwór chlorku baru dodaje się do próbki analitycznej produktu kosmetycznego rozcieńczonej w środowisku wodno-metanolowym. Osad, który powstaje zostaje odsączony lub odwirowany. Ten sposób postępowania pozwala uniknąć strat amoniaku podczas destylacji z parą wodną, z pewnych soli amonowych, takich jak węglanu lub kwaśnego węglanu i soli kwasów tłuszczowych, z wyjątkiem octanu amonu.

Amoniak jest oddestylowany z przesączu lub z warstwy nad osadu z wirówki z parą wodną i oznaczany miareczkowaniem potencjometrycznym lub innym.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. Metanol.

4.2. Dihydrat chloru baru, roztwór 25% (m/v).

4.3. Kwas ortoborowy, roztwór 4% (m/v).

4.4. Kwas siarkowy, standardowy 0,25 M roztwór.

4.5. Ciecz przeciwdziałająca pienieniu.

4.6. Wodorotlenek sodu, standardowy 0,5 M roztwór.

4.7. Wskaźnik, jeśli potrzeba: zmieszać 5 ml 0,1% (m/v) etanolowego roztworu

⁷ Norma ISO 5725.

czerwieni metylowej z 2 ml 0,1% (m/v) wodnego roztworu błękitu metylenowego.

5. APARATURA

- 5.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.
- 5.2. Wirówka z zamykanymi 100 ml probówkami.
- 5.3. Aparatura do destylacji z parą wodną.
- 5.4. Potencjometr.
- 5.5. Pomiarowa elektroda szklana i elektroda odniesienia z chlorkiem rtęci (kalomelowa).

6. PROCEDURA

- 6.1. Odważyć do 100 ml kolby miarowej masę (m) próbki odpowiadającej najwyżej 150 mg amoniaku.
- 6.2. Dodać 10 ml wody, 10 ml metanolu (4.1) i 10 ml roztworu chlorku baru (4.2). Uzupełnić metanolem (4.1) do 100 ml.
- 6.3. Wymieszać i pozostawić na noc w lodówce (5°C).
- 6.4. Następnie przesączyć lub odwirować jeszcze zimny roztwór w zamkniętych probówkach na 10 minut tak, aby otrzymać przezroczysty przesącz lub sklarowaną warstwę nad osadem.
- 6.5. Wprowadzić pipetą 40 ml tego przezroczystego roztworu do aparatury do destylacji z parą wodną (5.3) i następnie dodać, jeśli potrzeba, 0,5 ml cieczy przeciwdziałającej pienieniu (4.5).
- 6.6. Destylować i zebrać 200 ml destylatu w 250 ml zlewce zawierającej 10 ml standardowego kwasu siarkowego (4.4) i 0,1 ml wskaźnika (4.7).
- 6.7. Odmiareczkować nadmiar kwasu standardowym roztworem wodorotlenku sodu (4.6).
- 6.8. *Notabene:* W przypadku oznaczenia potencjometrycznego, zebrać 200 ml destylatu w 250 ml zlewce zawierającej 25 ml roztworu kwasu ortoborowego (4.3) i miareczkować standardowym kwasem siarkowym (4.4), zapisując krzywą neutralizacji.

7. OBLICZENIA

7.1. **Obliczanie w przypadku odmiareczkowania nadmiaru**

Przyjęto:

V_1 = objętość (w mililitrach) użytego roztworu wodorotlenku sodu (4.6),

M_1 = jego rzeczywiste stężenie molowe (4.6),

M_2 = oznaczone stężenie molowe roztworu kwasu siarkowego (4.4),

m = masa (w miligramach) pobranej próbki analitycznej (6.1),

zatem:

$$\text{zawartość amoniaku \% (m/m)} = \frac{(20 M_2 - V_1 M_1) \times 17 \times 100}{0,4 m} = \frac{(20 M_2 - V_1 M_1) \times 4250}{m}$$

7.2. *Obliczanie w przypadku bezpośredniego miareczkowania potencjometrycznego*

Przyjęto:

V_2 = objętość (w mililitrach) użytego roztworu kwasu siarkowego (4.4),

M_2 = jego rzeczywiste stężenie molowe (4.4),

m = masa (w miligramach) pobranej próbki analitycznej (6.1),

Zatem:

$$\text{zawartość amoniaku \% (m/m)} = \frac{V_2 \times M_2 \times 17 \times 100}{0,4 m} = \frac{4250 V_2 M_2}{m}$$

8. POWTARZALNOŚĆ⁸

Dla zawartości amoniaku około 6%, różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,6%.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE NITROMETANU

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda jest odpowiednia do identyfikowania i oznaczania nitrometanu do zawartości około 0,3% w produktach kosmetycznych w opakowaniach aerozolowych.

2. DEFINICJA

Zawartość nitrometanu w próbce wyrobu oznaczona zgodnie z tą metodą jest wyrażona w procentach masowych nitrometanu w stosunku do całkowitej zawartości opakowania aerozolowego.

3. ZASADA

Nitrometan jest identyfikowany w reakcji barwnej. Nitrometan jest oznaczany metodą chromatografii gazowej po dodaniu wewnętrznego standardu.

4. IDENTYFIKOWANIE

⁸ Norma ISO 5725.

4.1. **Odczynniki**

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1.1. Wodorotlenek sodu, 0,5 M roztwór.

4.1.2. *Odczynnik Folina*

Rozpuścić 0,1 g 3,4-diokso-3,4-dihydronaftaleno-1-sulfonianu sodu w wodzie i rozcieńczyć do 100 ml.

4.2. **Procedura**

Do 1 ml próbki dodać 10 ml z ppkt. 4.1.1 i 1 ml z ppkt. 4.1.2. Fioletowe zabarwienie wskazuje na obecność nitrometanu.

5. OZNACZANIE

5.1. **Odczynniki**

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

5.1.1. Chloroform (standard wewnętrzny 1).

5.1.2. 2,4-dimetyloheptan (standard wewnętrzny 2)

5.1.3. Etanol, 95%.

5.1.4. Nitrometan.

5.1.5. *Chloroformowy roztwór odniesienia*

Do wytarowanej 25 ml kolby miarowej wprowadzić 650 mg chloroformu (5.1.1). Dokładnie zważyć ponownie kolbę i zawartość. Uzupełnić do 25 ml 95% etanolem (5.1.3). Zważyć i obliczyć procent masowy chloroformu w tym roztworze.

5.1.6. *Roztwór odniesienia 2,4-dimetyloheptanu*

Sporządzić w podobny sposób do chloroformowego roztworu odniesienia, lecz zważyć 270 mg 2,4-dimetyloheptanu (5.1.2) w kolbie miarowej pojemności 25 ml.

5.2. **Aparatura**

5.2.1. Chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo – jonizacyjnym.

5.2.2. Aparatura do pobierania próbek aerozoli (butelka do przenoszenia, łączniki do mikrostrzykawek itp.) jak opisano w rozdziale II załącznika do dyrektywy 80/1335/EWG.

5.2.3. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

5.3. **Procedura**

5.3.1. *Przygotowanie próbki*

Do 100 ml wytarowanej butelki do przenoszenia, przepłukanej lub opróżnionej z gazów zgodnie ze sposobem postępowania opisanym w rozdziale II ppkt. 5.4

powyższej dyrektywy, wprowadzić około 5 ml jednego z roztworów standardowych (5.1.5 lub 5.1.6). Stosować szklaną strzykawkę pojemności 10 lub 20 ml, bez igły, dostosowaną do części łączących według sposobu opisanego w rozdziale II ust. 5 tej dyrektywy Komisji. Zważyć ponownie dla oznaczenia wprowadzanej ilości. Stosując ten sam sposób przenieść do tej butelki około 50 g zawartości próbki z opakowania aerozolowego. Ponownie zważyć dla określenia ilości przeniesionej próbki. Dobrze wymieszać.

Wprowadzić około 10 µl próbki stosując mikrostrzykawkę (5.2.2) Wykonać pięć wstrzyknięć próbki.

5.3.2. *Przygotowanie standardowej próby*

W 50 ml kolbie miarowej zważyć dokładnie około 500 mg nitrometanu (5.1.4) i 500 mg chloroformu (5.1.1) lub 210 mg 2,4-dimetyloheptanu (5.1.2). Uzupełnić objętość 95% etanolem (5.1.3). Dobrze wymieszać. Umieścić 5 ml tego roztworu w 20 ml kolbie miarowej. Uzupełnić objętość 95% etanolem (5.1.3).

Wprowadzić strzykawką około 10 µl próbki stosując mikrostrzykawkę (5.2.2). Wykonać pięć wstrzyknięć próbki.

5.3.3. *Warunki chromatografii gazowej*

5.3.3.1. Kolumna

Składa się z dwóch części, pierwszej zawierającej jako wypełnienie ftalan didecyłu osadzony na Gas Chrom Q, drugiej zawierającej jako wypełnienie Ucon 50 HB 280X na Gas Chrom Q. Przygotowana połączona kolumna powinna mieć zdolność rozdzielczą „R” równą lub lepszą niż 1,5 gdzie:

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

przyjęto:

r_1 i r_2 = czasy retencji (w minutach),

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości (w milimetrach),

d' = szybkość przesuwu papieru (w milimetrach / minutę).

Jako przykład uzyskano wymaganą rozdzielczość na kolumnie zawierającej następujące dwie części:

Kolumna A:

Materiał: stal nierdzewna.

Długość: 1,5 m.

Średnica: 3 mm.

Wypełnienie: 20% ftalan didecyłu na Gas Chrom Q (100-120 oczek).

Kolumna B:

Materiał: stal nierdzewna.

Długość: 1,5 m.

Średnica: 3 mm.

Wypełnienie: 20% Ucon 50 HB 280X na nośniku Gas Chrom Q (100-120 oczek).

5.3.3.2 Detektor

Odpowiedni poziom czułości dla elektrometru detektora płomieniowo - jonizacyjnego wynosi 8×10^{-10} A.

5.3.3.3. Warunki temperaturowe.

Stwierdzono, że odpowiednie są następujące warunki:

Otwór wlotowy dozownika: 150°C,

Detektor: 150°C,

Kolumna: między 50 i 80°C zależnie od pojedynczych kolumn i aparatu.

5.3.3.4. Odpowiednie zasilanie gazem

Gaz nośny: azot.

Ciśnienie: 2,1 bara.

Przepływ: 40 ml/min.

Zasilanie detektora: według wskazówek producenta detektora.

6. OBLICZENIA

6.1. ***Współczynnik reakcji nitrometanu, obliczony w stosunku do użytego wewnętrznego standardu***

Jeżeli „n” oznacza nitrometan:

przyjęto:

k_n = jego współczynnik reakcji,

m'_n = jego masa (w gramach) w mieszaninie,

S'_n = powierzchnia jego piku.

Jeśli „c” oznacza standard wewnętrzny, chloroform lub 2,4-dimetyloheptan:

przyjęto:

m'_c = jego masa (w gramach) w mieszaninie,

S'_c = powierzchnia jego piku,

zatem:

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

(k_n zależy od rodzaju aparatury).

6.2. *Stężenie nitrometanu w próbce*

Jeśli „n” oznacza nitrometan:

przyjęto:

k_n = jego współczynnik reakcji,

S_n = powierzchnia jego piku.

Jeśli „c” oznacza wewnętrzny standard, chloroform lub 2,4-dimetyloheptan:

przyjęto:

m_c = jego masa (w gramach) w mieszaninie,

S_c = powierzchnia jego piku,

M = masa (w gramach) przeniesionej próbki aerozolu,

zatem zawartość nitrometanu w próbce wynosi:

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

7. POWTARZALNOŚĆ¹⁰

Dla zawartości nitrometanu około 0.3% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,03% (m/m).

¹⁰ Norma ISO 5725.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE KWASU MERKAPTOOCTOWEGO W ŚRODKACH DO TRWAŁEJ ONDULACJI, PROSTOWANIA WŁOSÓW I DEPILOWANIA

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Celem metody jest identyfikowanie i oznaczanie kwasu merkaptooctowego w środkach do trwałej ondulacji, prostowania włosów i depilowania, w których mogą się znajdować inne środki redukujące.

2. DEFINICJA

Zawartość kwasu merkaptooctowego oznaczona zgodnie z tą metodą jest wyrażona w procentach masowych kwasu merkaptooctowego.

3. ZASADA

Kwas merkaptooctowy identyfikuje się w testach kroplowych i metodą chromatografii cienkowarstwowej i oznacza jodometrycznie lub metodą chromatografii gazowej.

4. IDENTYFIKOWANIE

4.1. ***Identyfikowanie w testach kroplowych***

4.1.1. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1.1.1. Bibuła z dioctanem ołowiu.

4.1.1.2. Roztwór kwasu solnego (jedna objętość stężonego kwasu solnego i jedna objętość wody).

4.1.2. *Procedura*

4.1.2.1. Identyfikowanie kwasu merkaptooctowego przez barwną reakcję z dioctanem ołowiu (II)

Umieścić kroplę analizowanej próbki na bibule z dioctanem ołowiu (II) (4.1.1.1). Jeśli pojawi się intensywny żółty kolor, oznacza to, że kwas merkaptooctowy jest prawdopodobnie obecny.

Czułość: 0.5%.

4.1.2.2. Wykrywanie siarczków nieorganicznych w reakcji wydzielania siarkowodoru podczas zakwaszania próbki

Wprowadzić do próbki kilka miligramów badanej próbki. Dodać 2 ml wody destylowanej i 1 ml kwasu solnego (4.1.1.2). Wydziela się siarkowódor, rozpoznawalny po zapachu i czarny osad siarczku ołowiu powstaje na bibule z dioctanem ołowiu (II) (4.1.1.1).

Czułość: 50 ppm.

- 4.1.2.3. Wykrywanie siarczynów w reakcji powstawania ditlenku siarki po zakwaszeniu próbki

Postępować według opisu w ppkt. 4.1.2.2. Doprowadzić do wrzenia. Ditlenek siarki jest rozpoznawalny po zapachu i dzięki własnościom redukującym, na przykład wobec jonów nadmanganianowych.

4.2. ***Identyfikowanie przez chromatografię cienkowarstwową***

4.2.1. ***Odczynniki***

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 4.2.1.1. Kwas merkaptooctowy (kwas tioglikolowy), o czystości, co najmniej 98% oznaczonej jodometrycznie.
- 4.2.1.2. Kwas 2,2'-ditiodi(octowy), o czystości, co najmniej 99% oznaczonej jodometrycznie.
- 4.2.1.3. Kwas 2-merkaptopropionowy (kwas tiomlekowy), o czystości co najmniej 95% oznaczonej jodometrycznie.
- 4.2.1.4. Kwas 3-merkaptopropionowy, o czystości, co najmniej 98% oznaczonej jodometrycznie.
- 4.2.1.5. 3-merkaptopropano-1,2-diol (1-tioglicerol), o czystości co najmniej 98% oznaczonej jodometrycznie.
- 4.2.1.6. Płytki cienkowarstwowe, z żelem krzemionkowym, przygotowane fabrycznie o grubości 0,25 mm.
- 4.2.1.7. Płytki cienkowarstwowe, z tlenkiem glinu, Merck F 254 E lub równoważne.
- 4.2.1.8. Stężony kwas solny, $d_4^{20} = 1,19$ g/ml.
- 4.2.1.9. Octan etylu.
- 4.2.1.10. Chloroform.
- 4.2.1.11. Eter diizopropylowy.
- 4.2.1.12. Czterochlorek węgla.
- 4.2.1.13. Kwas octowy lodowaty.
- 4.2.1.14. Jodek potasu, 1% (m/v) roztwór wodny.
- 4.2.1.15. Chlorek platyny (IV), 0,1% (m/v), roztwór wodny.
- 4.2.1.16. Rozpuszczalniki wymywające
- 4.2.1.16.1. Octan etylu (4.2.1.9), chloroform (4.2.1.10), eter diizopropylowy (4.2.1.11), kwas octowy (4.2.1.13) (20:20:10:10 objętościowo).

4.2.1.16.2. Chloroform (4.2.1.10), kwas octowy (4.2.1.13) (90:20 objętościowo).

4.2.1.17. Odczynniki wywołujące

4.2.1.17.1. Wymieszać bezpośrednio przed użyciem jednakowe objętości roztworu (4.2.1.14) i roztworu (4.2.1.15).

4.2.1.17.2. Roztwór bromu: 5% (m/v):

Rozpuścić 5 g bromu w 100 ml czterochlorku węgla (4.2.1.12).

4.2.1.17.3. Roztwór fluoresceiny: 0,1% (m/v):

Rozpuścić 100 mg fluoresceiny w 100 ml etanolu.

4.2.1.17.4. Heptamolibdenian (VI) heksaamonu, 10% (m/v) roztwór wodny.

4.2.1.18. Roztwory odniesienia

4.2.1.18.1. Kwas merkaptooctowy (4.2.1.1), 0,4% (m/v) roztwór wodny.

4.2.1.18.2. Kwas 2,2'-ditiiodi(octowy) (4.2.1.2), 0,4% (m/v) roztwór wodny.

4.2.1.18.3. Kwas 2-merkaptopropionowy (4.2.1.3), 0,4% (m/v) roztwór wodny.

4.2.1.18.4. Kwas 3-merkaptopropionowy (4.2.1.4), 0,4% (m/v) roztwór wodny.

4.2.1.18.5. 3-merkaptopropano-1,2-diol (4.2.1.5), 0,4% (m/v) roztwór wodny.

4.2.2. *Aparatura*

Zwykła aparatura do chromatografii cienkowarstwowej.

4.2.3. *Procedura*

4.2.3.1. Postępowanie z próbkami

Zakwasić do pH = 1 kilkoma kroplami kwasu solnego (4.2.1.8) i przesączyć jeśli to konieczne.

W niektórych przypadkach rozcieńczenie próbki mogą być pożądane. Jeśli tak, to przed rozcieńczeniem zakwasić ją kwasem solnym.

4.2.3.2. Rozwijanie chromatogramu (eluowanie)

Umieścić na płytce 1 μ l roztworu próbki (4.2.3.1) i po 1 μ l każdego z pięciu roztworów odniesienia (4.2.1.18). Wysuszyć starannie w łagodnym strumieniu azotu i eluować płytki rozpuszczalnikami (4.2.1.16.1 lub 4.2.1.16.2). Wysuszyć płytkę możliwie najszybciej, aby uniknąć utleniania tioli.

4.2.3.3. Wykrywanie

Spryskać płytkę jednym z trzech reagentów (4.2.1.17.1, 4.2.1.17.3 lub 4.2.1.17.4). Jeśli płytkę spryskano odczynnikami (4.2.1.17.3), należy następnie poddać ją działaniu pary bromu (na przykład w komorze zawierającej małą zlewkę odczynnika (4.2.1.17.2) do chwili, w której plamy staną się widoczne. Wykrywanie przez spryskanie odczynnikami (4.2.1.17.4) będzie zadawałające

tylko wtedy, jeśli czas suszenia cienkiej warstwy nie przekroczy 30 minut.

4.2.3.4. Interpretacja

Porównać wartości R_f i kolory roztworów odniesienia z odpowiednimi wartościami dla roztworów standardowych. Średnie wartości R_f podane poniżej jako ogólna wskazówka mają tylko wartość porównawczą. Zależą one od:

- stanu aktywowania cienkiej warstwy w czasie analizy chromatograficznej,
- temperatury komory chromatograficznej.

Przykładowe wartości R_f otrzymane na płycie z warstwą żelu krzemionkowego

	Roztwory rozwijające	
	4.2.1.16.1	4.2.16.2.
Kwas merkaptooctowy	0,25	0,80
Kwas 2-merkaptopropionowy	0,40	0,95
Kwas 2,2'-ditiodi(octowy)	0,00	0,35
Kwas 3-merkaptopropionowy	0,45	0,95
3-merkaptopropano-1,2-diol	0,45	0,35

5. OZNACZANIE (patrz Notabene)

Oznaczanie powinno się zawsze rozpocząć od metody jodometrycznej (jodometrii).

Notabene: Oznaczenie kwasu merkaptooctowego musi być wykonane z nieużywanego wyrobu ze świeżo otwartego opakowania w celu zapobieżenia utlenianiu.

5.1. ***Jodometria***

5.1.1. *Zasada*

Oznaczanie jest wykonywane przez utlenianie grupy „-SH” jodem w środowisku kwaśnym, zgodnie z równaniem:



5.1.2. *Odczynniki*

Jod, 0,05 M roztwór standardowy.

5.1.3. *Aparatura*

Zwykły sprzęt laboratoryjny.

5.1.4. *Procedura*

Odważyć dokładnie ilość próbki między 0,5 i 1 g w 150 ml kolbie stożkowej

zamykanej korkiem zawierającej 50 ml wody destylowanej. Dodać 5 ml kwasu solnego (4.1.1.2) (pH roztworu około 0) i miareczkować roztworem jodu (5.1.2) aż do pojawienia się żółtego koloru. Jeśli trzeba użyć wskaźnika, to na przykład roztworu skrobi lub czterochlorku węgla.

5.1.5. *Obliczenie*

Zawartość kwasu merkaptooctowego oblicza się zgodnie ze wzorem:

$$\% (m/m) = \frac{92 \times n \times 100}{1\,000 \times 10 \times m} = \frac{0,92 \, n}{m}$$

gdzie:

m = masa (w gramach) próbki analitycznej,

n = objętość użytego roztworu jodu (5.1.2).

5.1.6. *Uwagi*

Jeśli wynik obliczony jako zawartość kwasu merkaptooctowego wynosi 0,1% lub znacznie poniżej dozwolonego maksymalnego stężenia, nie ma żadnego powodu dla przeprowadzania następnego oznaczania. Jeśli wynik jest równy lub wyższy od dozwolonego maksymalnego stężenia i identyfikowanie ujawniło obecność kilku środków redukujących, konieczne jest wykonanie oznaczenia metodą chromatografii gazowej.

5.2. ***Chromatografia gazowa***

5.2.1. *Zasada*

Kwas merkaptooctowy zostaje wydzielony ze środowiska próbki przez wytrącanie roztworem diocjanu kadmu. Po metylowaniu diazometanem, przygotowanym *in situ* lub lepiej w roztworze eteru dietylowego, pochodna metylowa kwasu merkaptooctowego jest oznaczana chromatografią gazową/cieczową z użyciem kaprylanu metylu jako wewnętrznego standardu.

5.2.2. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

5.2.2.1. Kwas merkaptooctowy, 98%.

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

5.2.2.3. Metanol.

5.2.2.4. Dihydrat diocjanu kadmu (II), 10% (m/v) roztwór wodny.

5.2.2.5. Kaprylan metylu, 2% (m/v) roztwór w metanolu.

5.2.2.6. Octanowy roztwór buforowy (pH = 5):

Trihydrat: octanu sodu, 77 g.

Kwas octowy lodowaty, 27,5 g.

Woda demineralizowana do otrzymania końcowej objętości jednego litra.

- 5.2.2.7. Kwas solny, 3 M roztwór w metanolu (5.2.2.3), świeżo przygotowany.
- 5.2.2.8. l-metylo-3-nitro-l-nitrozoguanidyna.
- 5.2.2.9. Wodorotlenek sodu, roztwór 5 M.
- 5.2.2.10 Jod, 0,05 M roztwór standardowy.
- 5.2.2.11. Eter dietylowy.
- 5.2.2.12 Roztwór diazometanu przygotowany z N-metylo-N-nitrozo-4-toluenosulfonoamidu (Fieser, Reagents for Organic Synthesis (Wiley), 1967)

Otrzymany roztwór zawiera około 1,5 g diazometanu w 100 ml eteru dietylowego.

Ponieważ diazometan jest gazem toksycznym i bardzo nietrwałym, wszystkie doświadczenia muszą być prowadzone pod sprawnie działającym wyciągiem i należy unikać stosowania aparatury szklanej z połączeniami szlifowymi (istnieją specjalne zestawy przeznaczone do posługiwania się diazometanem).

5.2.3. Aparatura

- 5.2.3.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.
- 5.2.3.2. Aparatura do przygotowania diazometanu do metylowania *in situ* (patrz Fales H.M., Jaouni T.M., Babashak J.F., *Analyt. Chem.*, 1973, 45, 2302).
- 5.2.3.3. Aparatura do ulepszonych przygotowania diazometanu (Fieser).

5.2.4. Przygotowanie próbek

Zważyć dokładnie w 50 ml probówce wirówki wystarczającą ilość próbki, aby otrzymać przypuszczalną ilość 50-70 mg kwasu merkaptooctowego. Dodać kilka kropel kwasu solnego (5.2.2.2) do otrzymania pH około 3.

Dodać 5 ml demineralizowanej wody i 10 ml roztworu buforu octanowego (5.2.2.6).

Sprawdzić papierkiem wskaźnikowym czy pH wynosi około 5. Następnie dodać 5 ml roztworu diocanu kadmu (5.2.2.4).

Poczekać 10 minut i następnie odwirować w ciągu, co najmniej 15 minut przy 4 000 obrotach / min. Usunąć pływającą na wierzchu ciecz, która może zawierać nierozpuszczalny tłuszcz (w przypadku kremów). Tłuszcz ten nie powinien być zmieszany z tiolami, które zbierają się w zgęszczonej masie na dnie próbówki. Sprawdzić, czy nie wytrąca się żaden osad po dodaniu kilku kropel roztworu octanu kadmu (II) (5.2.2.4) do warstwy powierzchniowej.

Jeśli wcześniej podczas identyfikowania nie stwierdzono żadnych czynników redukujących innych niż tiole, należy sprawdzić metodą jodometryczną czy zawartość tiolu obecnego w warstwie powierzchniowej nie przekracza 6-8% jego początkowej ilości.

Wprowadzić 10 ml metanolu (5.2.2.3) do próbki wirówki zawierającej osad i starannie rozproszyć osad mieszając. Odwirować ponownie w ciągu, co najmniej 15 minut przy 4.000 obrotach / min. Zlać ciecz pływającą na wierzchu i sprawdzić obecność / nieobecność tioli.

Przemywać osad po raz drugi postępując w ten sam sposób.

Używając stale tą samą próbkę wirówki, dodać:

- 2 ml roztworu kaprylanu metylu (5.2.2.5),
- 5 ml kwasu solnego w metanolu (5.2.2.7).

Całkowicie rozpuścić tiole (niewielka ilość nierozpuszczonej substancji może pozostać z domieszek). Jest to roztwór „S”.

Pobrać część tego roztworu, aby potwierdzić jodometrycznie, że zawartość tioli stanowi, co najmniej 90% zawartości otrzymanej w ppkt. 5.1.

5.2.5. *Metylowanie*

Metylowanie prowadzone jest albo metodą *in situ* (5.2.5.1) lub za pomocą wcześniej przygotowanego roztworu diazometanu (5.2.5.2).

5.2.5.1. *Metylowanie in situ*

Do aparatu do metylowania (5.2.3.2) zawierającego 1 ml eteru (5.2.2.11) wprowadzić 50 µl roztworu „S” i metylować metodą (5.2.3.2) z dodatkiem około 300 mg 1-metylo-3-nitro-1-mtrozoguanidyny (5.2.2.8). Po 15 minutach (roztwór eterowy powinien być żółty, co wskazuje na nadmiar diazometanu) przenieść próbkę roztworu do 2 ml butelki z hermetycznym korkiem. Umieścić w lodówce do następnego dnia. Metylować równocześnie dwie próbki.

5.2.5.2. *Metylowanie przygotowanym wcześniej roztworem diazometanu*

Do 5 ml kolby z korkiem wprowadzić 1 ml roztworu diazometanu (5.2.2.12), następnie 50 µl roztworu „S”. Pozostawić w lodówce do następnego dnia.

5.2.6. *Przygotowanie roztworu standardowego*

Przygotować standardowy roztwór kwasu merkaptooctowego (5.2.2.1) o znanym stężeniu zawierający około 60 mg czystego kwasu merkaptooctowego (5.2.2.1) w 2 ml.

Jest to roztwór „E”.

Wytrącić osad, zanalizować i metylować tak jak opisano w ppkt. 5.2.4 i 5.2.5.

5.2.7. *Warunki chromatografii gazowej*

5.2.7.1. Kolumna:

Typ: stal nierdzewna.

Długość: 2 m.

Średnica: 3 mm.

5.2.7.2. Wypełnienie:

20% ftalan didecyłu / chromosorb WAW 80-100 oczek.

5.2.7.3. Detektor

Detektor płomieniowo-jonizacyjny. Odpowiednia czułość ustalona dla elektrometru detektora płomieniowo-jonizacyjnego wynosi 8×10^{-10} A.

5.2.7.4. Zasilanie gazami:

Gaz nośny: azot.

ciśnienie: 2,2 bara,

przepływ: 35 ml/min.

Gaz pomocniczy: wodór.

ciśnienie: 1,8 bara,

przepływ: 15 ml/min.

Zasilanie detektora: podane przez producenta aparatu.

5.2.7.5. Warunki temperaturowe

Dozownik: 200°C

Detektor 200°C

Kolumna: 90°C

5.2.7.6. Szybkość przesuwu papieru rejestratora

5 mm/min.

5.2.7.7. Wprowadzana ilość próbki

3 µl, wykonać 5 powtórzeń wprowadzania próbki.

5.2.7.8. Warunki chromatografii gazowej są podane orientacyjnie. Pozwalają one na uzyskanie rozdzielczości „R” równej lub wyższej od 1,5, gdzie:

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

przyjęto:

r_1 i r_2 = czasy retencji (w minutach),

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości (w milimetrach),

d' = szybkość przesuwu papieru (w milimetrach na minutę).

Poleca się stosowanie programu wzrostu temperatury przez jej regulację w zakresie od 90–150°C z szybkością 10°C na minutę tak, aby wyeliminować substancje, które mogą przeszkadzać w kolejnych pomiarach.

5.2.8. *Obliczenia*

5.2.8.1. Współczynnik korekcyjny kwasu merkaptooctowego

Jest on obliczany w stosunku do kaprylanu metylu na podstawie mieszaniny standardowej.

Jeśli „t” oznacza kwas merkaptooctowy:

przyjęto:

k_t = jego współczynnik reakcji,

m'_t = jego masa (w miligramach) w mieszaninie,

S'_t = powierzchnia jego piksu.

Jeśli „c” oznacza kaprylan metylu:

przyjęto:

m'_c = jego masa (w miligramach) w mieszaninie,

S'_c = powierzchnia jego piksu,

zatem:

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

Współczynnik ten zmienia się zależnie od stosowanej aparatury.

5.2.8.2 Zawartość kwasu merkaptooctowego obecnego w próbce

Jeśli „t” oznacza kwas merkaptooctowy:

przyjęto:

k_t = jego współczynnik reakcji,

S_t = jego powierzchnia piksu.

Jeśli „c” oznacza kaprylan metylu:

przyjęto:

m_c = masa kaprylanu metylu (w miligramach) w mieszaninie,

S_c = powierzchnia jego piksu,

M = masa (w miligramach) początkowej próbki analitycznej,

zatem zawartość kwasu merkaptooctowego obecnego w próbce wynosi:

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

6. POWTARZALNOŚĆ¹¹

Dla zawartości kwasu merkaptooctowego 8% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,8% (m/m).

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE HEKSACHLOROFENU

A. IDENTYFIKOWANIE

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda właściwa do badań wszystkich produktów kosmetycznych.

2. ZASADA

Heksachlorofen w próbce wyrobu jest ekstrahowany octanem etylu i identyfikowany metodą chromatografii cienkowarstwowej.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

3.1. Kwas siarkowy, roztwór 4 M.

3.2. Celit AW.

3.3. Octan etylu.

3.4. Rozpuszczalnik rozwijający: benzen zawierający 1% (v/v) kwasu octowego lodowatego.

3.5. Środek wywołujący I:

Roztwór rodaminy B: rozpuścić 100 mg rodaminy B w mieszaninie 150 eteru dietylowego, 70 ml absolutnego etanolu i 16 ml wody.

3.6. Środek wywołujący II:

Roztwór 2,6-dibromo-4-(chloroimino) cykloheksa-2,5-dienonu: rozpuścić 400 mg 2,6-dibromo-4-(chloroimino) cykloheksa-2,5-dienonu w 100 ml metanolu (przygotować codziennie świeży roztwór).

Roztwór węglanu sodu: rozpuścić 10 g węglanu sodu w 100 ml demineralizowanej wody.

3.7. Roztwór odniesienia:

Heksachlorofen, 0,05% (m/v), roztwór w octanie etylu.

¹¹ Norma ISO 5725.

4. APARATURA

- 4.1. Płytki z żelem krzemionkowym Kiesel gel 254 TLC, 200 x 200 mm (lub równoważne).
- 4.2. Zwykły sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej.
- 4.3. Łaźnia termostatowana w 26°C do utrzymywania komory chromatograficznej w stałej temperaturze.

5. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO BADAŃ

- 5.1. Starannie wymieszać 1 g homogenizowanej próbki z 1 g Celit AW (3.2) i 1 ml kwasu siarkowego (3.1).
- 5.2. Suszyć w 100°C przez dwie godziny.
- 5.3. Schłodzić i dokładnie sproszkować wysuszoną pozostałość.
- 5.4. Ekstrahować dwukrotnie 10 ml octanu etylu (3.3) odwirowując po każdej ekstrakcji i połączyć warstwy octanu etylu.
- 5.5. Odparować w 60°C.
- 5.6. Rozpuścić pozostałość w 2 ml octanu etylu (3.3).

6. PROCEDURA

- 6.1. Nanieść 2 µl roztworu próbki analitycznej (5.6) i 2 µl roztworu odniesienia (3.7) na płytkę do chromatografii cienkowarstwowej (4.1).
- 6.2. Nasycić komorę (4.3) rozpuszczalnikiem rozwijającym (3.4).
- 6.3. Umieścić płytkę chromatograficzną w komorze i rozwijać do wysokości 150mm.
- 6.4. Wyjąć płytkę chromatograficzną i wysuszyć w wentylowanej suszarce w temperaturze około 105°C.

6.5. *Wywoływanie*

- Plamy heksachlorofenu na płycie cienkowarstwowej wywołuje się według opisu w ppkt. 6.5.1 lub 6.5.2.
- 6.5.1. Spryskać płytkę równomiernie roztworem wywołującym I (3.5). Po 30 minutach oceniać płytkę w świetle UV przy 254 nm.
 - 6.5.2. Spryskać płytkę środkiem wywołującym II roztworem 2,6-dibromo-4-(chloroimino)cykloheksa-2,5-dienonu (3.6). Następnie spryskać płytkę roztworem węgla sodu (3.6). Oceniać płytkę w świetle dziennym po 10 minutach suszenia w temperaturze pokojowej.

7. INTERPRETACJA

- 7.1. Środek wywołujący I (3.5):
Heksachlorofen pojawia się jako niebieskawa plama na żółto - pomarańczowym

tle i ma współczynnik R_f w przybliżeniu 0,5.

7.2. Środek wywołujący II (3.6):

Heksachlorofen pojawia się jako plama szafirowo - turkusowa na białym tle i ma współczynnik R_f w przybliżeniu 0,5.

B. OZNACZANIE

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda może być stosowana do badania wszystkich produktów kosmetycznych.

2. DEFINICJA

Zawartość heksachlorofenu w próbce wyrobu oznaczona zgodnie z tą metodą, jest wyrażona w procentach masowych heksachlorofenu.

3. ZASADA

Heksachlorofen jest oznaczany po przeprowadzeniu w pochodną metylową metodą chromatografii gazowej z detektorem wychwyty elektronów.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. Octan etylu.

4.2. N-metylo-N-nitrozo-4-toluenosulfonoamid (diazald).

4.3. Eter dietylowy.

4.4. Metanol.

4.5. 2-(2-etoksyetoksy)etanol, (karbitol).

4.6. Kwas mrówkowy.

4.7. Wodorotlenek potasu, 50% (m/m) roztwór wodny (przygotowany świeżo każdego dnia).

4.8. Heksan do spektroskopii.

4.9. Bromochlorofen (substancja standardowa nr 1).

4.10. 4,4',6,6'-tetrachloro-2,2'-tiodifenol (substancja standardowa nr 2).

4.11. Eter 2,4,4'-trichloro-2-hydroksydifenyłowy (substancja standardowa nr 3)

4.12. Aceton.

4.13. 4 M kwas siarkowy.

4.14. Celit AW.

4.15. Roztwór kwasu mrówkowego / octanu etylu, 10% (v/v).

4.16. Heksachlorofen.

5. APARATURA

5.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

- 5.2. Miniaparat do otrzymywania diazometanu (Analyt. Chem., 1973, 45, 2302-2).
- 5.3. Chromatograf gazowy wyposażony w detektor wychwytowy elektronów ze źródłem ^{63}Ni .
6. PROCEDURA
- 6.1. **Przygotowanie roztworu standardowego**
- Wybiera się taką substancję standardową, która nie koliduje z żadnym składnikiem zawartym w składzie analizowanego produktu. Zwykle substancja standardowa nr 1 jest najodpowiedniejsza (4.9).
- 6.1.1. Odważyć dokładnie około 50 mg substancji standardowej nr 1, 2 lub 3 (4.9, 4.10 lub 4.11) i 50 mg heksachlorofenu (4.16) do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość do kreski octanem etylu (4.1) (roztwór A). Rozcieńczyć 10 ml roztworu A do 100 ml octanem etylu (4.1) (roztwór B).
- 6.1.2. Odważyć dokładnie około 50 mg substancji standardowej nr 1, 2 lub 3 (4.9, 4.10 lub 4.11) do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość do kreski octanem etylu (4.1) (roztwór C).
- 6.2. **Przygotowanie próbki¹²**
- Odważyć dokładnie 1 g ujednoliconej próbki i wymieszać starannie z 1 ml kwasu siarkowego (4.13), 15 ml acetonu (4.12) i 8 g Celitu AW (4.14). Suszyć mieszaninę na powietrzu w ciągu 30 minut na łaźni parowej, następnie suszyć w ciągu półtorej godziny w suszarce z przepływem powietrza. Schłodzić, rozetrzeć pozostałość na proszek i nanieść na szklaną kolumnę. Eluować octanem etylu (4.1) i zebrać 100 ml. Dodać 2 ml roztworu wewnętrznego standardu (roztwór C) (6.1.2).
- 6.3. **Metylowanie próbki**
- Schłodzić wszystkie odczynniki oraz aparaturę do temperatury między 0 i 4 °C na dwie godziny. W zewnętrznej komorze aparatury do diazometanu umieścić 1,2 ml roztworu otrzymanego w ppkt. 6.2 i 0,1 ml metanolu (4.4). W centralnym zbiorniku umieścić około 200 mg diazaldy (4.2), dodać 1 ml karbitolu (4.5) i 1 ml

¹² Ze względu na szeroką gamę produktów kosmetycznych, w których może znajdować się heksachlorofen, ważną rzeczą jest sprawdzenie odzyskiwania heksachlorofenu z próbki według powyższej procedury przed zarejestrowaniem wyników. Jeśli odzyskiwane są niewielkie ilości, to modyfikacje takie jak zmiana rozpuszczalnika (benzen zamiast octanu etylu) itp. mogłyby być wprowadzone za zgodą zainteresowanych stron.

eteru dietylowego (4.3) i rozpuścić. Złożyć aparaturę, w połowie zanurzyć aparaturę w łaźni o temperaturze 0°C i wprowadzić strzykawką około 1 ml schłodzonego roztworu wodorotlenku sodowego (4.7) do centralnego zbiornika. Upewnić się, że żółty kolor powstały przy tworzeniu się diazometanu jest trwały. Jeśli żółty kolor nie jest trwały, należy powtórzyć metylowanie dodając następną porcję 200 mg diazaldy (4.2)¹³

Aparaturę usuwa się z łaźni po 15 minutach i następnie pozostawia zamkniętą w temperaturze otoczenia przez 12 godzin. Otworzyć aparaturę, związać nadmiar diazometanu dodając kilka kropli 10% (v/v) roztworu kwasu mrówkowego w octanie etylu (4.15) i przenieść roztwór organiczny do 25 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość heksanem (4.8) do kreski.

Wprowadzić strzykawką 1,5 ul tego roztworu do chromatografu.

6.4. ***Metylowanie próbki standardowej***

Schłodzić wszystkie odczynniki oraz aparaturę do temperatury między 0 i 4°C na dwie godziny. W zewnętrznej komorze aparatury do diazometanu umieścić:

0,2 ml roztworu B (6.1.1),

1 ml octanu etylu (4.1),

0,1 ml metanolu (4.4).

Prowadzić metylowanie tak jak opisano w ppkt. 6.3. Wprowadzić strzykawką 1,5 µl otrzymanego roztworu do chromatografu.

7. CHROMATOGRAFIA GAZOWA

Kolumna musi zapewnić zdolność rozdzielczą „R” równą lub lepszą niż 1,5, gdzie:

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

przyjęto:

r_1 i r_2 = czasy retencji (w minutach),

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości (w milimetrach),

d' = szybkość przesuwu papieru (w milimetrach na minutę).

Następujące warunki chromatografii gazowej uznano za odpowiednie:

Kolumna: stal nierdzewna.

¹³ Trwałość żółtego koloru wskazuje na nadmiar diazometanu, który jest niezbędny do zapewnienia całkowitego zmetylowania próbki.

Długość: 1,7 m.

Średnica: 3 mm.

Nośnik:

chromosorb: WAW

analiza sitowa: 80-120 oczek.

Faza stacjonarna: 10% OV 17.

Temperatury:

kolumna: 280°C,

dozownik 280°C,

detektor 280°C.

Gaz nośny: azot wolny od tlenu.

Ciśnienie: 2,3 bara.

Przepływ: 30 ml/min.

8. OBLICZENIE

8.1. *Współczynnik reakcji heksachlorofenu*

Jest on obliczany w odniesieniu do wybranej substancji standardowej w stosunku do standardowej mieszaniny.

Przyjęto:

h = heksachlorofen,

k_h = jego współczynnik reakcji,

m'_h = jego masa (w gramach) w mieszaninie,

A'_h = powierzchnia jego piku,

s = wybrana substancja standardowa,

m'_s = jej masa (w gramach) w mieszaninie,

A'_s = powierzchnia jej piku,

zatem:

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

8.2. *Ilość heksachlorofenu w próbce*

Przyjęto:

h = heksachlorofen,

k_h = jego współczynnik reakcji,

A_h = powierzchnia jego piku,

s = wybrana substancja standardowa,

m_s = jego masa (w gramach) w mieszaninie,

A_s = powierzchnia jego piksu,

M = masa (w gramach) pobranej próbki,

zatem % (m/m) heksachlorofenu w próbce wynosi:

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

9. POWTARZALNOŚĆ¹⁴

Dla zawartości heksachlorofenu 0,1% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,005% (m/m).

IŁOŚCIOWE OZNACZANIE SOLI SODOWEJ N-CHLORO-4-TOLUENOSULFONOAMIDU

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Celem metody jest ilościowe oznaczanie chromatografią cienkowarstwową soli sodowej N-chloro-4-toluenosulfonoamidu (chloramina T) w produktach kosmetycznych.

2. DEFINICJA

Zawartość chloraminy-T w próbce wyrobu oznaczona zgodnie z tą metodą jest wyrażona w procentach masowych (m/m).

3. ZASADA

Chloramina-T ulega całkowitej hydrolizie do 4-toluenosulfonoamidu przez ogrzewanie do wrzenia z kwasem solnym.

Ilość powstałego 4-toluenosulfonoamidu jest oznaczana foto-densytometrycznie przez chromatografią cienkowarstwową.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. Sól sodowa N-chloro-4-toluenosulfonoamid (chloramina-T).

4.2. Standardowy roztwór 4-toluenosulfonoamidu: 50 mg 4-toluenosulfonoamidu w 100 ml etanolu (4.5).

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

¹⁴ Norma ISO 5725.

- 4.4. Eter dietylowy.
- 4.5. Etanol, 96% (v/v).
- 4.6. **Roztwór rozwijający**
- 4.6.1. Butanol-I/etanol (4.5) / woda (40:4:9, v/v/v) lub
- 4.6.2. Chloroform / aceton (6:4, v/v).
- 4.7. Przygotowane fabrycznie płytki do chromatografii cienkowarstwowej, żel krzemionkowy 60, bez wskaźnika fluorescencyjnego.
- 4.8. Nadmanganian potasu.
- 4.9. Kwas solny, 15% (m/m).
- 4.10. Odczynnik wywołujący: 2-toluidyna, 1% (m/v) roztwór etanolu (4.5).
- 5. **APARATURA**
- 5.1. Zwykła aparatura laboratoryjna.
- 5.2. Zwykły sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej.
- 5.3. Fotodensytometr.
- 6. **PROCEDURA**
- 6.1. **Hydroliza**

Odważyć dokładnie w 50 ml okrągłodennej kolbie około 1 g próbki (m). Dodać 5 ml wody i 5 ml kwasu solnego (4.3) i ogrzewać do wrzenia przez jedną godzinę, stosując chłodnicę zwrotną. Bezzwłocznie przenieść gorącą suspensję z wodą do 50 ml kolby miarowej. Pozostawić do schłodzenia i uzupełnić do kreski wodą. Odwirowywać, przy co najmniej 3 000 obrotów / min przez pięć minut i przefiltrować ciecz pływającą na wierzchu.
- 6.2. **Ekstrakcja**
- 6.2.1. Pobrać 30 ml przesączu i ekstrahować trzykrotnie po 15 ml eteru dietylowego (4.4). Jeśli to konieczne wysuszyć warstwy eterowe i połączyć je w 50 ml kolbie miarowej. Uzupełnić eterem dietylowym (4.4).
- 6.2.2. Pobrać 25 ml wysuszonego ekstraktu eterowego i odparować do sucha w strumieniu azotu. Ponownie rozpuścić pozostałość w 1 ml etanolu (4.5).
- 6.3. **Chromatografia cienkowarstwowa**
- 6.3.1. Nanieść 20 µl pozostałości etanolowej (6.2) na płytkę do chromatografii cienkowarstwowej (4.7).

W tym samym czasie i w ten sam sposób nanieść po 8, 12, 16 i 20 µl standardowego roztworu 4-toluenosulfonoamidu (4.2).
- 6.3.2. Następnie rozwijać w przybliżeniu na wysokość 150 mm w roztworze

rozwijającym (4.6.1 lub 4.6.2).

- 6.3.3. Po całkowitym odparowaniu rozpuszczalnika rozwijającego, umieścić płytkę na dwie lub trzy minuty w atmosferze pary chloru, utworzonych przez nalanie około 100 ml kwasu solnego (4.9) na około 2 g nadmanganianu potasu (4.8) w zamkniętym naczyniu. Usunąć nadmiar chloru przez ogrzewanie płytki do 100°C w ciągu pięciu minut. Następnie spryskać płytkę odczynnikiem wywołującym (4.10).

6.4. **Pomiar**

Po około jednej godzinie zmierzyć fioletowe plamy z pomocą fotodensytometru przy 525 nm.

6.5. **Wykreślanie krzywych kalibracji**

Wykreślić maksymalne wartości wysokości pików ustalone dla czterech plam 4-toluenosulfonoamidu w porównaniu z odpowiednimi ilościami 4-toluenosulfonoamidu (to jest 4, 6, 8, 10 µg 4-toluenosulfonoamidu na plamę).

7. **UWAGA**

Metodę można sprawdzić stosując roztwór 0,1 do 0,2% (m/v) chloraminy-T poddany takiemu samemu postępowaniu jak próbka (6).

8. **OBLICZENIE**

Zawartość chloraminy-T w próbce wyrażona w procentach masowych jest obliczona następująco:

$$\% \text{ (m/m) soli sodowej N-chloro-4-toluenosulfonoamidu} = \frac{1,33 \times a}{60 \times m}$$

gdzie:

1,33 = współczynnik konwersji (przemiany) 4-toluenosulfonoamidu (chloraminy-T),

a = ilość (w ug) 4-toluenosulfonoamidu w próbce odczytana z krzywej kalibracyjnej,

m = masa (w gramach) pobranej próbki.

9. **POWTARZALNOŚĆ¹⁵**

Dla zawartości chloraminy-T około 0,2% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,03% (m/m).

¹⁵ Norma ISO 5725.

OZNACZANIE CAŁKOWITEGO FLUORU W PASTACH DO ZĘBÓW

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda jest przeznaczona do oznaczania całkowitej zawartości fluoru w pastach do zębów. Jest ona odpowiednia dla stężeń nie przekraczających 0,25%.

2. DEFINICJA

Zawartość fluoru w próbce pasty oznaczona zgodnie z tą metodą jest wyrażona w procentach masowych.

3. ZASADA

Oznaczenie jest wykonywane metodą chromatografii gazowej. Fluor ze związków zawierających fluor zostaje przekształcony w trietylofluorosilan (TEFS) w bezpośredniej reakcji z chlorotrietylosilanem (TECS) w kwaśnym roztworze i równocześnie ekstrahowany ksylenem zawierającym cykloheksan jako wewnętrzny standard.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. Fluorek sodu wysuszony w temperaturze 120°C do stałej masy.

4.2. Woda redestylowana lub równoważnej jakości.

4.3. Kwas solny, $d_4^{20} = 1,19$ g/ml.

4.4. Cykloheksan.

4.5. Ksylen, który nie daje żadnych pików przed pikiem tego rozpuszczalnika wówczas, kiedy jest analizowany chromatograficznie w tych samych warunkach, co próbka (6.1). Jeśli niezbędne, jest oczyszczany przez destylację (5.8).

4.6. Chlorotrietylosilan (TECS Merck lub równoważny).

4.7. **Roztwory standardowe fluoru**

4.7.1. Roztwór bazowy, 0,250 mg F⁻/ml Odważyć dokładnie 138,1 mg fluorku sodu (4.1) i rozpuścić w wodzie (4.2). Przenieść ilościowo roztwór do 250 ml kolby miarowej (5.5). Rozcieńczyć do kreski wodą (4.2) i wymieszać.

4.7.2. Rozcieńczony roztwór bazowy 0,050 mg F⁻/1 ml. Przenieść pipetą 20 ml roztworu bazowego (4.7.1) do 100 ml kolby miarowej (5.5). Rozcieńczyć do kreski wodą i wymieszać.

4.8. **Roztwór wewnętrznego standardu**

Zmieszać 1 ml cykloheksanu (4.4) i 5 ml ksylenu (4.5).

4.9. ***Chlorotrietylosilan / roztwór wewnętrznego standardu***

Przenieść pipetą (5.7) 0,6 ml chlorotrietylosilanu (4.6) i 0,12 ml roztworu wewnętrznego standardu (4.8) do 10 ml kolby miarowej. Rozcieńczyć ksylenem (4.5) do kreski i wymieszać. Przygotować świeżo tego samego dnia.

4.10. Kwas nadchlorowy, 70% (m/v).

4.11. Kwas nadchlorowy, 20% (m/v) w wodzie (4.2).

5. **APARATURA**

5.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

5.2. Chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo - jonizacyjny.

5.3. Obrotowy mikser Vortex lub równoważny.

5.4. Wytrząsarka Buhler, typ SMB I lub równoważna.

5.5. Kolby miarowe, 100 i 250ml, wykonane z polipropylenu.

5.6. Probówki wirówkowe (szklane); 20 ml z korkiem gwintowanym pokrytym teflonem, Sovirel typ 611 -56 lub równoważne. Czyścić probówki i korki gwintowane przez ługowanie w ciągu kilkunastu godzin w kwasie nadchlorowym (4.11) i następnie pięciokrotne kolejne płukanie wodą (4.2) i końcowe suszenie w 100°C.

5.7. Pipety, odpowiednie do odmierzania objętości 50-200 µl z jednorazowymi plastikowymi zakończeniami.

5.8. Aparatura do destylacji, wyposażona w kolumnę Schneidera z trzema kulami lub równoważna kolumna Vigreux.

6. **PROCEDURA**

6.1. ***Analiza próbki***

6.1.1. Wybrać tubę pasty do zębów uprzednio nie otwieraną, obciąć dolną część tuby i usunąć całą zawartość do plastikowego pojemnika, wymieszać starannie i przechowywać w warunkach zapobiegających pogorszeniu jakości.

6.1.2. Odważyć dokładnie 150 mg (m) próbki do probówki wirówkowej (5.6), dodać 5 ml wody (4.2) i homogenizować (5.3).

6.1.3. Dodać 1 ml ksyleny (4.5).

6.1.4. Dodawać kroplami 5 ml kwasu solnego (4.3) i homogenizować (5.3).

6.1.5. Dodać pipetą 0,5 ml roztworu chlorotrietylosilan / standard wewnętrzny (4.9) do probówki wirówkowej (5.6).

6.1.6. Zamknąć probówkę gwintowanym korkiem (5.6) i mieszać dokładnie w ciągu 45 minut na wytrząsarce (5.4) ustawionej na 150 wstrząsów na minutę.

- 6.1.7. Wirować 10 minut z taką szybkością, aby otrzymać wyraźny rozdział warstw, otworzyć probówkę, odciągnąć warstwę organiczną i wprowadzić strzykawką 3 μ l warstwy organicznej na kolumnę chromatografu gazowego (5.2).

Uwaga:

Eluowanie wszystkich składników zabiera około 20 minut.

- 6.1.8. Powtórzyć analizę, obliczyć stosunki średnich powierzchni pików ($A_{\text{tefs}} / A_{\text{ch}}$) i odczytać odpowiednie ilości fluoru (w miligramach m_1) z wykresu kalibracyjnego (6.3).

- 6.1.9. Obliczyć całkowitą zawartość fluoru w próbce (w procentach masowych fluoru) jak wskazano w ust. 7.

6.2. **Warunki analizy chromatograficznej**

- 6.2.1. Kolumna: stal nierdzewna.

Długość: 1,8 m.

Średnica: 3 mm.

Nośnik: Gaschrom Q 80-100 oczek.

Faza stacjonarna: olej silikonowy DC 200 lub równoważny, 20%, kondycjonowanie kolumny przez noc w 100°C (gaz nośny azot, przepływ 25 ml na minutę) i powtarzane każdej nocy. Po każdych czterech lub pięciu wstrzyknięciach ponownie kondycjonować kolumnę przez ogrzewanie w temperaturze 100°C w ciągu 30 minut.

Temperatury:

kolumna: 70°C,

dozownik: 150°C,

detektor: 250°C.

Przepływ gazu nośnego: 35 ml azotu na minutę.

6.3. **Wykres kalibracyjny**

- 6.3.1. Umieścić pipetą w serii sześciu probówek wirówki (5.6) po 0, 1, 2, 3, 4 i 5 ml rozcieńczonego standardowego roztworu fluoru (4.7.2). Uzupełnić objętość w każdej probówce wodą do 5 ml (4.2).

- 6.3.2. Postępować tak jak opisano w ppkt. 6.1.3-6.1.6 łącznie.

- 6.3.3. Wprowadzić strzykawką 3 μ l warstwy organicznej na kolumnę chromatografu gazowego (5.2).

- 6.3.4. Powtórzyć wstrzyknięcie i obliczyć średni stosunek pików ($A_{\text{tefs}} / A_{\text{ch}}$).

- 6.3.5. Narysować wykres kalibracyjny współzależności masy fluoru (w miligramach) w

roztworach standardowych (6.3.1) i stosunku powierzchni pików ($A_{\text{tefs}} / A_{\text{ch}}$) mierzonych według ppkt. 6.3.4. Połączyć punkty wykresu najbardziej odpowiednią linią prostą obliczoną równaniem regresji.

7. OBLICZENIE

Stężenie całkowitej zawartości fluoru w próbce (w procentach masowych fluoru) (% m/m F) jest określone równaniem:

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

gdzie:

m = próbka analityczna (w miligramach) (6.1.2),

m = ilość F (w miligramach) odczytana z wykresu kalibracyjnego (6.1.8).

8. POWTARZALNOŚĆ¹⁶

Dla zawartości fluoru około 0,15% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,012% (m/m).

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ORGANICZNYCH ZWIĄZKÓW RTĘCI CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda może być stosowana do identyfikowania i oznaczania organicznych pochodnych rtęci stosowanych jako środki konserwujące w produktach kosmetycznych używanych w okolicach oczu. Mogą być stosowane do tiomersalu (INN) i fenylortęci i jej sole.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. ZASADA

Organiczne związki rtęci są kompleksowane 1,5-difenylo-3-tiokarbazonem (ditizonem). Po ekstrakcji ditizonu czterochlorkiem węgla, wykonywana jest chromatografia cienkowarstwowa na żelu krzemionkowym. Plamy ditizonu pojawiają się w pomarańczowym kolorze.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

2.1. Kwas siarkowy, 25% (v/v).

2.2. 1,5-difenylo-3-tiokarbazon(ditizon): 0,8mg w 100ml czterochlorku węgla(2.4).

¹⁶ Norma ISO 5725.

- 2.3. Azot.
- 2.4. Czterochlorek węgla.
- 2.5. Rozpuszczalnik rozwijający: heksan / aceton, 90:10 (v/v).
- 2.6. Roztwór standardowy, 0,001% w wodzie:
2-(etylortęcio)benzoesan sodu,
chlorek etylortęci lub chlorek metylortęci,
azotan fenylortęci lub octan fenylortęci,
chlorek rtęci (II) lub octan rtęci (II).
- 2.7. Przygotowane fabrycznie płytki z żelom krzemionkowym (np. Merck 5721 lub równoważne).
- 2.8. Chlorek sodu.
- 3. APARATURA
- 3.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.
- 3.2. Zwyczajna aparatura do chromatografii cienkowarstwowej.
- 3.3. Filtr rozdzielający fazy.
- 4. PROCEDURA
- 4.1. **Ekstrakcja**
- 4.1.1. Rozcieńczyć 1 g próbki w probówce wirówki przez dodawanie 20 ml wody destylowanej. Otrzymać jak największe rozproszenie i ogrzewać do 60°C w łaźni wodnej. Dodać 4 g chlorku sodu (2.8). Wytrząsnąć. Pozostawić do schłodzenia.
- 4.1.2. Wirować w ciągu, co najmniej 20 minut przy 4500 obrotach / min. w celu oddzielenia większej części substancji stałej z cieczy. Przesączyć do rozdzielacza i dodać 0,25 ml roztworu kwasu siarkowego (2.1).
- 4.1.3. Ekstrahować kilkakrotnie po 2 lub 3 ml roztworu ditizonu (2.2) do zaniku zielonego koloru ostatniej warstwy organicznej.
- 4.1.4. Przesączyć każdą warstwę organiczną przez filtr rozdzielający fazy (3.3).
- 4.1.5. Odparować do sucha w strumieniu azotu (2.3).
- 4.1.6. Rozpuścić w 0,5 ml czterochlorku węgla (2.4). Używać roztwór natychmiast do analizy jak wskazano w ppkt. 4.2.1.
- 4.2. **Rozdzielanie i identyfikowanie**
- 4.2.1. Nanieść niezwłocznie 50 µl roztworu w czterochlorku węgla otrzymanego jak w ppkt. 4.1.6 na płytkę z żelom krzemionkowym (2.7). Równolegle poddać 10 ml roztworu standardowego (2.6) takiemu postępowaniu jak opisano w ppkt. 4.1 i

nanieść 50 µl otrzymanego w ppkt. 4.1.6 roztworu na tą samą płytkę.

- 4.2.2. Umieścić płytkę w rozpuszczalniku (2.5) i pozwolić temu ostatniemu wznosić się do wysokości 150 mm. Związki organiczne rtęci pojawiają się jako kolorowe plamy, których kolor jest trwały; zabezpieczyć płytkę chromatograficzną szklaną płytką bezpośrednio po odparowaniu rozpuszczalnika.

Przykładowo otrzymano następujące wartości Rf:

	Rf	Kolor
Tiomersal	0,33	Pomarańczowy
Chlorek efylortęci	0,29	Pomarańczowy
Chlorek metylortęci.	0,29	Pomarańczowy
Sole fenylortęci	0,21	Pomarańczowy
Sole rtęci	0,10	Pomarańczowy
Octan rtęci	0,10	Pomarańczowy
1,5-difenylo-3-tiokarbazon	0,09	Różowy

B. OZNACZANIE

1. DEFINICJA

Zawartość organicznych związków rtęci oznaczona według tej metody jest wyrażona jako procent masowy (m/m) rtęci w próbce.

2. ZASADA

Metoda polega na zmierzeniu ilości całej obecnej w próbce rtęci. Jest więc konieczne upewnienie się, że w próbce nie ma rtęci w postaci nieorganicznej i identyfikowanie organicznych pochodnych rtęci zawartych w próbce wyrobu. Po mineralizacji, uwolniona rtęć jest oznaczana przez bezpłomieniową absorpcję atomową.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 3.1. Stężony kwas azotowy $d_4^{20} = 1,41$ g/ml.
- 3.2. Stężony kwas siarkowy $d_4^{20} = 1,84$ g/ml.
- 3.3. Woda redestylowana.
- 3.4. Nadmanganian potasu, 7% (m/v) roztwór.
- 3.5. Chlorowodorek hydroksyloamonowy, 1,5% (m/v) roztwór.
- 3.6. Nadsiarczan potasu, 5% (m/v) roztwór.

- 3.7. Chlorek cyny (II) (chlorek cynawy), 10% (m/v) roztwór.
- 3.8. Stężony kwas solny, $d_4^{20} = 1,18$ g/ml.
- 3.9. Wata szklana impregnowana chlorkiem palladu (II) (chlorkiem palladowym), 1% (m/m).
- 4. APARATURA
 - 4.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.
 - 4.2. Aparatura do oznaczania rtęci metodą bezpłomieniowej absorpcji atomowej (technika zimnej pary), włącznie z niezbędnym sprzętem szklanym. Droga optyczna naczynka pomiarowego powinna wynosić, co najmniej 100 mm.
- 5. PROCEDURA

Przedsięwziąć zwykłe środki ostrożności przy śladowej analizie rtęci.

 - 5.1. **Rozkład próbki**
 - 5.1.1. Odważyć dokładnie 150 mg próbki (m). Dodać 10 ml kwasu azotowego (3.1) i pozostawić próbkę jego działaniu na trzy godziny w kolbie hermetycznej w łaźni wodnej o temperaturze 55°C, wstrząsając w regularnych odstępach czasu. W tym samym czasie wykonać ślepą próbę z samymi odczynnikami.
 - 5.1.2. Po schłodzeniu dodać 10 ml kwasu siarkowego (3.2) i ponownie umieścić w łaźni wodnej w 55°C na okres 30 minut.
 - 5.1.3. Umieścić kolbę w łaźni lodowej i dodać ostrożnie 20 ml wody (3.3).
 - 5.1.4. Dodawać porcjami po 2 ml 7% roztwór nadmanganianu (VII) potasu aż do odbarwienia roztworu. Ponownie umieścić w łaźni wodnej w 55°C na następne 15 minut.
 - 5.1.5. Dodać 4 ml roztworu nadsiarczuanu (VI) potasu (3.6). Kontynuować ogrzewanie w łaźni wodnej o temperaturze 55°C przez 30 minut.
 - 5.1.6. Pozostawić do schłodzenia i przenieść zawartość kolby do 100 ml kolby miarowej. Popłukać kolbę 5 ml chlorowodoru hydroksyloamonowego (3.5) i następnie płukać czterokrotnie porcjami po 10 ml wody (3.3). Roztwór powinien być zupełnie bezbarwny. Uzupełnić wodą (3.3) do kreski.
 - 5.2. **Oznaczanie**
 - 5.2.1. Umieścić 10 ml badanego roztworu (5.1.6) w szklanym naczyniu aparatury do oznaczania rtęci techniką zimnej pary (4.2). Rozpuścić w 100 ml wody (3.), a następnie dodać 5 ml kwasu siarkowego (VT) (3.2) i 5 ml roztworu chlorku cyny (II) (3.7). Wymieszać po każdym dodatku. Poczekać 30 sekund do zredukowania

w całości jonów rtęci do stanu metalicznego i odczytać wartość (n).

- 5.2.2. Umieścić watę szklaną impregnowaną chlorkiem palladu (II) między naczyniem do redukcji rtęci i naczynkiem przepływowym aparatury (4.2). Powtórzyć postępowanie według ppkt. 5.2.1 i zarejestrować odczyt. Jeśli różni się on od zera oznacza to, że mineralizacja nie zaszła całkowicie i analizę należy powtórzyć.

6. OBLICZENIE

Przyjęto:

m = masa (w miligramach) próbki analitycznej.

n = ilość rtęci (w µg) odczytana na skali instrumentu.

Ilość rtęci wyrażona jako procent masowy rtęci, jest obliczana zgodnie z wzorem:

$$\% \text{ m/m rtęci} = \frac{n}{m}$$

7. UWAGI

- 7.1. Dla poprawienia mineralizacji może być konieczne rozpoczęcie postępowania od rozcieńczenia roztworu.

- 7.2. Jeśli spodziewana jest absorpcja rtęci przez substrat, ilościowe oznaczanie powinno być wykonane metodą dodawania standardu.

8. POWTARZALNOŚĆ¹⁷

W przypadku stężenia rtęci 0,007%, różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,00035%.

OZNACZANIE SIARCZKÓW METALI ALKALICZNYCH I ZIEM ALKALICZNYCH

1. CEL I ZAKRES STOSOWANIA

Metoda opisuje oznaczanie siarczków obecnych w produktach kosmetycznych. Obecność tioli lub innych środków redukujących (łącznie z siarczynami) (IV) nie przeszkadza w oznaczeniu.

2. DEFINICJA

Stężenie siarczków oznaczone tą metodą jest wyrażone jako procent masowy siarki.

3. ZASADA

¹⁷ Norma ISO 5725.

Po zakwaszeniu środowiska, siarkowodór jest unoszony przez strumień azotu i wiązany w postaci siarczku kadmowego. Ten ostatni jest odsączony i przemyty, a następnie oznaczony jodometrycznie.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 4.1. Stężony kwas solny, $d_4^{20} = 1,19$ g/ml.
- 4.2. Tiosiarczan (VI) sodu, 0,1 M standardowy roztwór.
- 4.3. Jod, 0,05 M standardowy roztwór.
- 4.4. Siarczek sodu.
- 4.5. Octan kadmu (II).
- 4.6. Stężony amoniak, $d_4^{20} = 0,90$ g/ml.
- 4.7. Amoniakalny roztwór octanu kadmu (II): rozpuścić 10 g octanu kadmu (II) (4.5) w około 50 ml wody. Dodać amoniak (4.6) aż do ponownego rozpuszczenia osadu (średnio około 20 ml). Uzupełnić wodą do kreski 100 ml.
- 4.8. Azot
- 4.9. Roztwór amoniaku M.
- 5. APARATURA
- 5.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.
- 5.2. 100 ml kolba okrągłodenna z trzema szyjami ze szlifem.
- 5.3. Dwie 150 ml kolby stożkowe ze szlifem, wyposażone w urządzenia obejmujące rurkę zanurzeniową i boczną rurkę wylotową do wypuszczenia powstającego gazu.
- 5.4. Lejek do sączenia z długą nóżką.

6. PROCEDURA

6.1. *Wprowadzenie siarczków*

- 6.1.1. Pobrać opakowanie, którego poprzednio nie otwierano. Odważyć dokładnie w kolbie okrągłodennej (5.2) masę (m) (wyrażoną w gramach) wyrobu odpowiadającą nie więcej niż 30 mg jonów siarczkowych. Dodać 60 ml wody i dwie krople cieczy przeciwdziałającej pienieniu.
- 6.1.2. Przenieść po 50 ml roztworu (4.7) do każdej z dwóch kolb stożkowych (5.3).
- 6.1.3. Umieścić wkraplacz, rurkę zanurzeniową i rurkę wylotową w kolbie okrągłodennej (5.2). Przyłączyć rurkę wylotową do serii kolb stożkowych (5.3) przewodami z PCV.

Notabene: Aparatura wprowadzająca powinna przejść następujący test szczelności. Symulując warunki testu, zastąpić próbkę wyrobu przeznaczoną do wykonania oznaczenia przez 10 ml roztworu siarczku (przygotowanego jak w 4.4) zawierającego „X mg” siarczku (oznaczonego jodometrycznie). Przyjęto „Y” jako liczbę miligramów siarczku stwierdzoną w końcu tej operacji. Różnica między ilością „X” i ilością „Y” nie powinna przekroczyć 3%.

- 6.1.4. Przepuszczać azot (4.8) przez 15 minut, z szybkością dwóch pęcherzyków gazowych na sekundę, w celu usunięcia powietrza zawartego w kolbie okrągłodennej (5.2)
- 6.1.5. Ogrzewać kolbę okrągłodenną do $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$.
- 6.1.6. Zatrzymać strumień azotu (4.8) i dodać 40 ml kwasu solnego (4.1), kropla po kropli.
- 6.1.7. Wprowadzić ponownie strumień azotu (4.8) wtedy, kiedy prawie cały kwas został wkroplony, pozostawiając minimalną ciekłą warstwę (uszczelnienie), aby zapobiec wyciekowi siarkowodoru.
- 6.1.8. Przerwać ogrzewanie po 30 minutach. Pozostawić kolbę (5.2) do schłodzenia i kontynuować przepływ azotu (4.8) przez co najmniej półtorej godziny.
- 6.2. **Miarczkowanie**
- 6.2.1. Przesączyć siarczek kadmu przez lejek z długą nóżką (5.4).
- 6.2.2. Popłukać kolby stożkowe (5.3) najpierw roztworem amoniaku (4.9) i przelać go przez lejek. Następnie popłukać wodą destylowaną i użyć wody do przemycia osadu zatrzymanego przez filtr.
- 6.2.3. Przemyć osad 100 ml wody.
- 6.2.4. Umieścić bibułę filtracyjną z lejka zawierającą osad w pierwszej kolbie stożkowej. Dodać 25 ml (n) roztworu jodu (4.3), około 20 ml kwasu solnego (4.1) i 50 ml wody destylowanej.
- 6.2.5. Oznaczyć nadmiar jodu roztworem tiosiarcznanu (VI) sodu (n_2) (4.2).

7. OBLICZENIE

Zawartość siarczku w próbce, wyrażona jako procent masowy siarki jest obliczana według następującego wzoru:

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

gdzie:

- n_1 = ilość (w mililitrach) zużytego standardowego roztworu jodu (4.3),
 x_1 = stężenie molowe tego roztworu,
 n_2 = ilość (w mililitrach) standardowego roztworu tiosiarczanu (VI) sodu (4.2),
 x_2 = stężenie molowe tego roztworu,
 m = masa (w gramach) próbki analitycznej.

8. **POWTARZALNOŚĆ¹⁸**

Dla zawartości siarczku około 2% (m/m), różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,2% (m/m).

**IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE 1-(4-AMINOBENZOILO)
GLICEROLU**

A. IDENTYFIKOWANIE

1. **PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA**

Metodę stosuje się do wykrywania 1-(4-aminobenzoilo) glicerolu (INCI: GLYCERYLPABA). Można tą metodą wykrywać również 4-aminobenzoetan etylu (INN: BENZOCAINE), który może występować jako zanieczyszczenie.

2. **ZASADA**

Identyfikowanie przeprowadza się metodą chromatografii cienkowarstwowej na żelu krzemionkowym ze wskaźnikiem fluorescencyjnym i wykrywanie wolnej pierwszorzędowej grupy aminowej poprzez pojawienie się plamy barwnika dwufazowego na płycie.

3. **ODCZYNNIKI**

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 3.1. Mieszanina rozpuszczalników: cykloheksan / propan-2-ol / stabilizowany dichlorometan (48:64:9 obj.).
3.2. Rozpuszczalnik rozwijający: eter naftowy (40-60) / benzen / aceton / roztwór wodorotlenku amonu (co najmniej 25% NH_3) (35:35:35: 1 obj.).
3.3. Roztwór wywołujący: a) azotan (III) sodu: 1g w 100 ml i 1 M kwasu chlorowodorowego (przygotowany bezpośrednio przed użyciem);

¹⁸ Norma ISO 5725.

- b) 2-naftol: 0,2 g w 100 ml 1 M wodorotlenku potasu.

3.4. Roztwory standardowe:

1-(4-aminobenzoilo)glicerolu: 0,05 g w 100 ml mieszaniny rozpuszczalników 3.1.,
4 aminobenzoesan etylu: 0,05 g w 100 ml mieszaniny rozpuszczalników 3.1.

3.5. Płytki z żelem krzemionkowym 60 F254, grubość 0,25 mm, 200 × 200 mm.

4. APARATURA

4.1. Zwykła aparatura do chromatografii cienkowarstwowej.

4.2. Wibrator ultradźwiękowy.

4.3. Filtr z wkładem mikroporowatym F H 0,5 µm lub równoważny.

5. PROCEDURA

5.1. **Przygotowanie próbki**

W-10 ml kolbie miarowej z korkiem zważyć 1,5 g analizowanego wyrobu. Uzupełnić rozpuszczalnikiem 3.1. do kreski. Zamknąć i pozostawić na okres jednej godziny w temperaturze pokojowej w łaźni ultradźwiękowej (4.2). Przesączyć przez filtr Milipore (4.3) i używać filtrat do analizy chromatograficznej.

5.2. **Chromatografia cienkowarstwowa**

Nanieść po 10 µl roztworu próbki (5.1) i wszystkich roztworów standardowych (3.4) na płytkę (3.5).

Rozwijać chromatogram do wysokości 150 mm w komorze uprzednio wysycanej rozpuszczalnikiem 3.2. Pozostawić płytkę do wysuszenia w temperaturze otoczenia.

5.3. **Rozwijanie**

5.3.1. Obserwować płytkę w świetle UV przy długości fali 254 nm.

5.3.2. Spryskać całkowicie wysuszoną płytkę roztworem 3.3 a).

Pozostawić do wysuszenia w temperaturze otoczenia w ciągu 1 minuty i niezwłocznie spryskać roztworem 3.3 b).

Wysuszyć płytkę w suszarce w temperaturze 60°C. Plamy aminobenzoesanów pojawiają się w kolorze pomarańczowym. Czasy retencji: 1-(4-aminobenzoilo)glicerolu $R_f = 0,07$; 4-aminobenzoesan etylu $R_f = 0,55$.

B. OZNACZANIE

1. PRZEDMIOT I ZAKRES

W tej metodzie oznacza się 1-(4-aminobenzoilo) glicerol. Może ona również być stosowana do oznaczania 4-aminobenzoesu etylu. Nie można oznaczyć większego stężenia niż 5% masowych 1-(4-aminobenzoilo) glicerolu i 1% masowy 4-aminobenzoesu etylu.

2. DEFINICJA

Zawartości 1-(4-aminobenzoilo) glicerolu i 4-aminobenzoesu etylu oznaczane tą metodą są wyrażane w procentach masowych (% m/m) wyrobu.

3. ZASADA

Analizowany wyrób jest zawieszony w metanolu i po odpowiedniej obróbce próbki oznaczenie prowadzone jest metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej, a tam gdzie to konieczne odpowiadać HPLC.

4.1. Metanol.

4.2. Diwodoroortofosforan (V) potasu ($\text{KH}_2\text{P}_4\text{O}_4$).

4.3. 2-hydrat octanu cynku (II) ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$).

4.4. Kwas octowy, $d_{\frac{20}{4}} = 1,05$.

4.5. 3'hydrat heksacyjanożelazianu (II) (żelazocyjanku) tetrapotasu ($\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6) \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$).

4.6. 4-Hydroksybenzoesan etylu.

4.7. 1-(4-aminobenzoesan)glicerol.

4.8. 4-aminobenzoesan etylu

4.9. Roztwór buforu fosforanowego (0,02 M): rozpuścić 2,72 g diwodoroortofosforanu (V) potasu (4.2) w jednym litrze wody.

4.10. Roztwór wymywający: roztwór buforu fosforanowego (4.9) / metanol (4. 1) (61:39 obj.).

Skład fazy ruchomej można zmieniać w celu uzyskania współczynnika rozdziłu $R > 1,5$ o wzorze:

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

gdzie

R_1 i R_2 = czasy retencji pików, w minutach,

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości, w milimetrach.

d' = szybkość przesuwu papieru, w milimetrach na minutę.

- 4.11. Bazowy roztwór 1-(4-aminobenzoesanu) glicerolu: zważyć dokładnie około 40mg 1-(4-aminobenzoilanu) glicerolu i umieścić w 100 ml kolbie miarowej. Rozpuścić w 40 ml metanolu (4.1). Uzupełnić do kreski roztworem buforowym (4.9) i wymieszać.
- 4.12. Bazowy roztwór 4-aminobenzoesanu etylu: zważyć dokładnie około 40 mg 4-aminobenzoesanu etylu i umieścić w 100 ml kolbie miarowej, rozpuścić w 40 ml metanolu (4.1), uzupełnić do kreski roztworem buforowym i wymieszać.
- 4.13. Roztwór wewnętrznego standardu: zważyć dokładnie około 50 mg 4-hydroksybenzoesanu etylu (4.6), przenieść do 100 ml kolby miarowej, rozpuścić w 40 ml metanolu (4.1), uzupełnić do kreski roztworem buforowym (4.9) i wymieszać.
- 4.14. Roztwory standardowe: przygotować cztery roztwory standardowe przez rozpuszczenie w 100 ml eluentu (4.10) odpowiednich związków zgodnie z następującą tabelą:

Roztwór standardowy	1-(4-aminobenzoesanu) glicerol		4-aminobenzoesan etylu		4-hydroksybenzoesan etylu	
	($\mu\text{g/ml}$)*	ml (4.11.)	($\mu\text{g/ml}$)*	ml (4.12.)	($\mu\text{g/ml}$)*	ml(4.13.)
I	8	2	8	2	50	10
II	16	4	12	3	50	10
III	24	6	16	4	50	10

* Powyższe wartości wskazano jako orientacyjne, a odpowiadają one dokładnie masom podanym w pkt. 4.11; 4.12 i 4.13.

- 4.15. I roztwór Carreza: rozpuścić 26,5 g heksacyjanożelazianu (III) tetrapotasu (4.5) w wodzie i uzupełnić do 250 ml.
- 4.16. II roztwór Carreza: rozpuścić 54,9 octanu cynku (II) (4.3) i 7,5 ml kwasu octowego (4.4.) w wodzie i uzupełnić do 250 ml.
- 4.17. Wypełnienie Merck Lichrosorb RP-18 lub równoważne o średnim rozmiarze cząstek 5 μm .

5. **APARATURA**

- 5.1. Zwykłe wyposażenie laboratoryjne.
- 5.2. Wyposażenie do wysokosprawnej chromatografii cieczowej z detektorem UV ze zmienną długością fali i zestaw komór termostatowany w 45°C.
- 5.3. Kolumna ze stali nierdzewnej, długość: 250 mm, średnica wewnętrzna: 4,6, mm; wypełnienie: Lichrosorb RP-18 (4.17).
- 5.4. Łaźnia ultradźwiękowa.

6. **PROCEDURA**

6.1. **Przygotowanie próbki**

- 6.1.1. W 100 ml zlewce zważyć dokładnie około 1 g próbki i dodać 10 ml metanolu(4.1).
- 6.1.2. Umieścić zlewkę w łaźni ultradźwiękowej (5.4) na 20 minut w celu otrzymania suspensji. Przenieść ilościowo otrzymaną suspensję do 100 ml kolby miarowej, w której znajduje się nie więcej niż 75 ml roztworu wymywającego (4.10).
Dodać kolejno po 1 ml roztworu Carreza (4.15 i 4.16) i wymieszać po każdym dodaniu. Uzupełnić do kreski eluentem (4.10), ponownie wymieszać i przesączyć przez karbowany sączonek bibułowy.
- 6.1.3. Przenieść pipetą 3,0 ml przesączonego otrzymanego w pkt. 6.1.2. i 5,0 ml roztworu standardu wewnętrznego (4.13) do 50 ml kolby miarowej. Uzupełnić do kreski roztworem wymywającym (4.10) i wymieszać. Stosować tak otrzymany roztwór do wykonania analizy chromatograficznej opisanej w pkt. 6.2.

6.2. **Chromatografia**

- 6.2.1. Ustawić przepływ fazy ruchomej (4.10.) na 1,2 ml/min temperaturę kolumny na 45°C.
- 6.2.2. Ustawić detektor (5.2) na długość fali 274 nm. Wprowadzić mikrostrzykawką co najmniej dwukrotnie po 20 ul roztworu (6.1.3) do chromatografu i zmierzyć powierzchnię pików.

6.3. **Krzywa odwzorowania**

- 6.3.1. Wprowadzić kolejno po 20 ul wszystkich roztworów standardowych (4.14) i zmierzyć powierzchnię pików.
- 6.3.2. Dla każdego stężenia obliczyć stosunek między powierzchniami pików 1-(4-aminobenzoenu) glicerolu i powierzchniami pików wewnętrznego standardu. Nanieść ten stosunek na osi odciętych, a na osi rzędnych stosunek odpowiednich mas.
- 6.3.3. W ten sam sposób postępować dla 4-hydroksybenzoenu etylu.

7. OBLICZENIA

- 7.1. Z krzywej odwzorowania otrzymanej w pkt. 6.3 odczytać stosunki mas (RP1, RP2) odpowiadające stosunkom między powierzchniami pików obliczonymi w pkt. 6.23, gdzie:

RP1 = stosunek: masa 1-(4-aminobenzoesu)glicerolu / masa 4- hydroksybenzoesu etylu.

RP2 = stosunek: masa 4-aminobenzoesu etylu / masa 4-hydroksybenzoesu etylu.

- 7.2. Ze stosunków mas otrzymanych w ten sposób obliczyć zawartość 1-(4-aminobenzoesu) glicerolu i 4-aminobenzoesu etylu, jako procenty masowe (% m/m) ze wzorów:

$$R_p\%(m/m) \text{ 1-(4-aminobenzoilo) glicerolu} = RP1 \times \frac{q}{6p}$$

$$R_p\% (m/m) \text{ 4-aminobenzoesu etylu} = RP2 \times \frac{q}{6p}$$

q = ilość 4-hydroksybenzoesu etylu (wewnętrznego standardu), w miligramach (4.12),

p = ilość próbki, w graniach 6.1.1

8. POWTARZALNOŚĆ¹³

- 8.1. Dla zawartości 5% (m/m) 1-(4-aminobenzoesu) glicerolu różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekroczyć 0,25%.
- 8.2. Dla zawartości 1% (m/m) 4-aminobenzoesu etylu różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekroczyć 0,10%.

9. UWAGI

- 9.1. Przed wykonaniem analizy należy sprawdzić, czy próbka nie zawiera substancji, których piki mogłyby się pokrywać częściowo z pikiem wewnętrznego standardu (4-hydroksybenzoesu etylu) na chromatogramie.
- 9.2. W celu sprawdzenia braku zakłóceń, należy powtórzyć oznaczenie zmieniając proporcje metanolu w fazie ruchomej odpowiednio o 10%.

¹³ Patrz norma ISO 5725.

OZNACZANIE CHLOROBUTANOLU

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda jest odpowiednia do oznaczania chlorobutanolu (TNCl: CHLOROBUTANOL) w stężeniu maksymalnym do 0,5% (m/m) w każdym kosmetyku z wyjątkiem aerozoli.

2. DEFINICJA

Zawartość chlorobutanolu zmierzona tą metodą jest wyrażona w procentach masowych (% m/m) wyrobu.

3. ZASADA

Po odpowiednim przygotowaniu analizowanego wyrobu oznaczenie wykonuje się metodą chromatografii gazowej stosując 2,2,2,-trichloroetanol jako wewnętrzny standard.

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

4.1. Chlorobutanol (1,1,1-trichloro-2-metylopropan-2-ol).

4.2. 2,2,2-trichloroetanol-

4.3. Etanol absolutny.

4.4. Roztwór standardowy chlorobutanolu: 0,025 gw 100 ml etanolu (4.3) (m/v).

4.5. Roztwór standardowy 2,2,2-trichloroetanolu: 4 mg w 100 ml etanolu (4.3)(m/v).

5. APARATURA

5.1. Zwykłe wyposażenie laboratoryjne.

5.2. Chromatograf gazowy z detektorem wychwytowym. Ni 63.

6. PROCEDURA

6.1. Przygotowanie próbki

Zważyć dokładnie między 0,1 i 0,3 g próbki. Umieścić odważkę w 100 ml kolbie miarowej. Rozpuścić w etanolu (4.3), dodać 1 ml roztworu standardu wewnętrznego (4.5) i uzupełnić do kreski etanolem (4.3).

6.2. Warunki chromatografii gazowej

6.2.1. Warunki działania muszą zapewnić współczynnik rozdziału $R > 1,5$ we wzorze:

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

Gdzie

R_1 i R_2 = czasy retencji pików, w minutach,

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości, w milimetrach,

d' = szybkość przesuwu papieru, w milimetrach na minutę.

6.2.2. Jako przykład podano następujące warunki działania zapewniające wymagany rozdział:

Kolumna	I	II
Materiał	Szkło	stal nierdzewna
Długość	1,80 m	3m
Średnica	3mm	3mm
Faza spoczynkowa	10% Carbowax 20 M TPA na Gaschrom Q 80-100 mesh	5% OV-17 na Chromosorb WAW DMCS 80-100 mesh
Konfekcjonowanie	2 do 3 dni w 190°C	
Temperatura:		
– dozownik	200°C	150°C
– kolumna	150°C	100°C
– detektor	200°C	150°C
Gaz nośny	Azot	Argon / metan (95/5 v/v).
Przepływ	35 ml/min	35 ml/min

6.3. **Krzywa standardowa**

W pięciu 100 ml kolbach miarowych umieścić kolejno po 1 ml roztworu standardowego (4.5) i po 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 i 0,6 ml roztworu otrzymanego w pkt. 4.4., uzupełnić do kreski etanolem (4.3) i wymieszać. Wprowadzić strzykawką po 1 μ l każdego z tych roztworów do chromatografu zgodnie z warunkami działania podanymi w pkt. 6.2.2. i narysować krzywą odwzorowania nanosząc na osi odciętych stosunek masy chlorobutanolu do masy 2,2,2-trichloroetanolu, a na osi rzędnych stosunek odpowiednich powierzchni pików.

- 6.4. Wprowadzić strzykawką 1 ul roztworu otrzymanego w pkt. 6.1. i postępować zgodnie z warunkami opisanymi w pkt. 6.2.2.

7. OBLICZENIA

- 7.1. Z krzywej standardowej (6.3) obliczyć ilość „a” wyrażoną jako µg chlorobutanolu w roztworze 6.l.
- 7.2. Zawartość chlorobutanolu w próbce oblicza się zgodnie z wzorem:

$$\% \text{ m/m chlorobutanolu} = \frac{a \times 10^2}{p \times 10^6} = \frac{a}{p \times 10^4}$$

8. POWTARZALNOŚĆ⁶

Dla zawartości chlorobutanolu 0,5% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,01%.

Uwaga

Jeśli wynik jest równy maksymalnemu dopuszczalnemu stężeniu lub je przekracza, należy sprawdzić czy nie występuje współoznaczanie składników.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE CHININY

A. IDENTYFIKOWANIE

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda jest przeznaczona do wykrywania obecności chininy (INCI: QUININE) w szamponach i płynach do włosów.

2. ZASADA

Identyfikację przeprowadza się metodą chromatografii cienkowarstwowej na żelu krzemionkowym. Wykrywanie chininy polega na stwierdzeniu fluorescencji w kwaśnym środowisku przy 360 nm.

Dla dalszego potwierdzenia, fluoroescencję można eliminować oparami bromu, a opary amoniaku spowodują pojawienie się żółtawej fluorescencji.

3. ODCZYNNIKI:

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

- 3.1. Płytki z żelom krzemionkowym, bez wskaźników fluorescencji, o grubości 0,25 mm, 200 mm × 200 mm.
- 3.2. Rozpuszczalnik rozwijający: toluen / eter dietylowy / dichlorometan / dietyloamina: (20:20:20:8 obj.).
- 3.3. Metanol.

- 3.4. Kwas siarkowy (VI), 96%, d $\frac{20}{4} = 1,84$.
- 3.5. Eter dietylowy.
- 3.6. Środek rozwijający: dodać ostrożnie 5 ml kwasu siarkowego (VI) (3.4) do 95 ml eteru dietylowego (3.5) w chłodzonym pojemniku.
- 3.7. Brom.
- 3.8. Roztwór wodorotlenku amonu, (28%, d $\frac{20}{4} = 0,90$).
- 3.9. Chinina, bezwodna.
- 3.10. Roztwór standardowy: zważyć dokładnie około 100,0 mg bezwodnej chininy (3.9) w kolbie miarowej i rozpuścić w 100 ml metanolu (3.3).
4. APARATURA
- 4.1. Zwyczajne wyposażenie do chromatografii cienkowarstwowej.
- 4.2. Łaźnia ultradźwiękowa.
- 4.3. Filtr miliporowy, FH 0,5 mi lub równoważny z odpowiednim wyposażeniem do sączenia.
5. PROCEDURA
- 5.1. **Przygotowanie próbki**
Zważyć dokładnie ilość próbki, która może zawierać w przybliżeniu 100 mg chininy w 100 ml kolbie miarowej, rozpuścić i uzupełnić do kreski metanolem (3.3).
Zamknąć kolbę i zostawić na jedną godzinę w temperaturze otoczenia w łaźni ultradźwiękowej (4.2). Przesączyć (4.3) i stosować przesącz do analizy chromatograficznej.
- 5.2. **Chromatografia cienkowarstwowa**
Nanieść po 1,0 μ l roztworu standardowego (3.10) i 1,0 μ l roztworu próbki (5.1) na płytkę z żelalem krzemionkowym (3.1). Rozwijać chromatogram na wysokość 150 mm z użyciem rozpuszczalnika 3.2. w komorze wysycanej uprzednio rozpuszczalnikiem (3.2).
- 5.3. **Rozwijanie**
- 5.3.1. Suszyć płytkę w temperaturze otoczenia.
- 5.3.2. Spryskać płytkę odczynnikami 3.6.
- 5.3.3. Pozostawić płytkę do wysuszenia w ciągu jednej godziny w temperaturze otoczenia.

- 5.3.4. Obserwować płytkę w świetle lampy UV ustawionej na długość fali 360 nm. Chinina pojawia się jako plama o intensywnej błękitnej fluorescencji.

Przykładowo w tablicy poniżej podano wartości retencji R_f głównych alkaloidów w porównaniu z czasem retencji chininy przy rozwijaniu chromatogramu rozpuszczalnikiem 3.2.

Alkaloid	R_f
chinina	0,20
chinidyna	0,29
cynchonina	0,33
cynchonidyna	0,27
hydrochinidyna	0,17

- 5.3.5. Dla dalszego potwierdzenia obecności chininy, płytkę poddać przez okres około jednej godziny działaniu par bromu (3.7). Fluorescencja znika. Kiedy ta sama płytka jest poddana działaniu par amoniaku (3.8) pojawiają się ponownie plamy koloru brązowego, a kiedy ponownie bada się płytkę w świetle UV przy 360 nm można zaobserwować żółtawą fluorescencję.

Czułość (granica) identyfikacji: 0,1 µg chininy.

B. OZNACZANIE

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje oznaczanie chininy. Może być zastosowana do oznaczania maksymalnego dopuszczonego stężenia 0,5% (m/m) w szamponach i 0,2% (m/m) w płynach do włosów.

2. DEFINICJA

Zawartość chininy jest wyrażona w procentach masowych (% m/m) wyrobu.

3. ZASADA

Po odpowiednim przygotowaniu analizowanego produktu oznaczanie wykonuje się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

4. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej i odpowiednie do

stosowania w HPLC.

- 4.1. Acetonitryl.
- 4.2. Diwodoroortofosforan (V) potasu (KH_2PO_4).
- 4.3. Kwas ortofosforowy (V), 85%, $d \frac{20}{4} = 1,7$.
- 4.4. Bromek tetrametyloamonium.
- 4.5. Chinina, bezwodna.
- 4.6. Metanol.
- 4.7. Roztwór kwasu ortofosforowego (V) (0,1 M); zważyć 11,53 g kwasu ortofosforowego (V) (4.2) i rozpuścić w wodzie w 1 000 ml kolbie miarowej.
- 4.8. Roztwór diwodoroortofosforanu(V) potasu (0,1 M); zważyć 13,6 g diwodoroortofosforanu (V) potasu (4.2) i rozpuścić w wodzie w 1 000 ml kolbie miarowej.
- 4.9. Roztwór bromku tetrametyloamonium: rozpuścić 15,40 g bromku tetraetoiloamonium (4.4.) w wodzie w 1 000 ml kolbie miarowej.
- 4.10. Roztwór wymywający: kwas ortofosforowy (V) (4.7) / diwodoroortofosforan (V) potasu (4.8) / bromek tetrametyloamonium (4.9) / woda / acetonitryl (4.1.) (10:50:100:340:90 obj.). Skład fazy ruchomej można zmienić dla uzyskania współczynnika rozdziału $R > 1,5$ o wzorze:

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

gdzie

R_1 i R_2 = czasy retencji pików, w minutach,

W_1 i W_2 = szerokość pików w połowie wysokości, w milimetrach,

d' = szybkość przesuwu papieru, w milimetrach na minutę.

- 4.11. Krzemionka poddana działaniu oktaedecylosilanu, 10 μm .
 - 4.12. Roztwory standardowe: zważyć dokładnie kolejno po około 5,0; 10,0; 15,0; i 20,0 mg bezwodnej chininy (4.5) w serii 100 ml kolb miarowych. Uzupełnić do kreski metanolem (4.6) i wytrząsać zawartość kolb do całkowitego rozpuszczenia chininy. Przesączyć każdą próbkę przez filtr 0,5 μm .
5. APARATURA
 - 5.1. Zwykłe wyposażenie laboratoryjne.

- 5.2. Łaźnia ultradźwiękowa.
- 5.3. Wyposażenie do wysokosprawnej chromatografii cieczowej z detektorem o zmiennych długościach fali UV.
- 5.4. Kolumna: długość: 250 mm, średnica wewnętrzna: 4,6 mm, wypełnienie: krzemionka (4.11).
- 5.5. Miliporowy filtr FH 0,5 µm lub równoważny z odpowiednim zestawem do sączenia.

6. PROCEDURA

6.1. Przygotowanie próbki

Zważyć dokładnie w 100 ml kolbie miarowej taką ilość wyrobu, aby zawierała 10,0 mg bezwodnej chininy, dodać 20 ml metanolu (4.6) i umieścić kolbę w łaźni ultradźwiękowej (5.2) na 20 minut. Uzupełnić do kreski metanolem (4.6). Wymieszać roztwór i następnie przesączyć jego część (5.5).

6.2. Chromatografia

Szybkość przepływu: 1,0 ml/min.

Długość fali w detektorze (5.3): 332 nm.

Objętość wprowadzanej próbki: 10 ml przesączonego roztworu (6.1).

Pomiar: powierzchnia pików.

6.3. Krzywa odwzorowania

Wprowadzić strzykawką co najmniej trzy razy po 10,0 µl każdego roztworu odniesienia (4.12), zmierzyć powierzchnię pików i obliczyć średnią powierzchnię dla każdego stężenia.

Przygotować krzywą odwzorowania i sprawdzić czy jest prostoliniowa.

7. OBLICZENIA

- 7.1. Z krzywej odwzorowania (6.3) oznaczyć ilość bezwodnej chininy w µg obecnej we wprowadzonej objętości (6.2).

- 7.2. Stężenie bezwodnej chininy w próbce wyrażone jako procent masowy (% m/m) otrzymuje się z następującego wzoru:

$$\% \text{ (m/m) bezwodnej chininy} = \frac{B}{A}$$

gdzie

B jest ilością w mikrogramach bezwodnej chininy oznaczonej w 10 mikrolitrach przesączonego roztworu (6.1).

A jest masą próbki w gramach (6.1).

8. **POWTARZALNOŚĆ⁶**

Dla zawartości bezwodnej chininy 0,5% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekraczać 0,02%.

Dla zawartości bezwodnej chininy 0,2% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie może przekraczać 0,01%.

**IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE NIEORGANICZNYCH SIARCZANÓW I
WODOROSIARCZANÓW**

PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje identyfikowanie i oznaczanie nieorganicznych siarczanów i wodorosiarczanów w kosmetykach. Jest odpowiednia tylko dla tych wyrobów, które zawierają fazę wodną lub alkoholową i dla stężeń dwutlenku siarki nie przekraczających 0,2%.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. **ZASADA**

Próbkę ogrzewa się w kwasie solnym, a uwolniony dwutlenek siarki identyfikuje się zarówno na podstawie jego zapachu, jak i barwy papierka wskaźnikowego.

2. **ODCZYNNIKI**

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

2.1. **Kwas chlorowodorowy (4 M).**

2.2. **Papierek wskaźnikowy z jodkiem potasu i skrobią lub inny odpowiedni.**

3. **APARATURA**

3.1. **Zwykły sprzęt laboratoryjny.**

3.2. **Kolba (25 ml) z krótką chłodnicą zwrotną.**

4. **PROCEDURA**

4.1. **W kolbie (3.2) umieścić około 2,5 g próbki i 10 ml kwasu chlorowodorowego (2.1).**

4.2. **Wymieszać i ogrzewać do wrzenia.**

4.3. **Sprawdzić wydzielanie dwutlenku siarki zarówno przez ocenę zapachową jak i papierem wskaźnikowym (2.2).**

B. OZNACZANIE

1. DEFINICJA

Zawartość siarczanu (TV) lub wodorosiarczanu (IV) oznaczona tą metodą jest wyrażona jako procent masowy dwutlenku siarki.

2. ZASADA

Po zakwaszeniu próbki uwolniony dwutlenek siarki destyluje się do roztworu nadtlenu wodoru. Powstały kwas siarkowy (VI) jest miareczkowany mianowanym roztworem wodorotlenku sodu.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej-

3.1. Nadtlenek wodoru 0,2% (m/v). Przygotowany tego samego dnia.

3.2. Kwas ortofosforowy (V), $d \frac{25}{4} = 1,75$.

3.3. Metanol.

3.4. Wodorotlenek sodu (0,01 M) roztwór mianowany.

3.5. Azot

3.6. Wskaźnik: mieszanina 1: 1 (obj.) czerwieni metylowej (0,03% m/v w etanolu) i błękitu metylenowego 0,05% (m/v w etanolu). Przesączyć otrzymaną mieszaninę.

4. APARATURA

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2. Aparatura do destylacji (p. rysunek).

5. PROCEDURA

5.1. Zważyć dokładnie około 2,5 g próbki do kolby destylacyjnej A (p. rysunek).

5.2. Dodać 60 ml wody i 50 ml metanolu (3 -3.), wymieszać.

5.3. W odbieralniku destylatu D (p. rysunek) umieścić 10 ml nadtlenu wodoru (3.1), 60 ml wody i kilka kropli wskaźnika (3.6). Dodać kilka kropli wodorotlenku sodu (3.4) do zmiany zabarwienia wskaźnika na kolor zielony.

5.4. Powtórzyć czynności 5.3 dla płuczki do przemywania E (p. rysunek).

5.5. Zmontować aparaturę i nastawić przepływ azotu (3.5) na około 60 pęcherzyków na minutę.

5.6. Wprowadzić 15 ml kwasu ortofosforowego (V) (3.2) z wkraplacza do kolby destylacyjnej A.

5.7. Ogrzewać szybko do wrzenia i następnie utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia w ciągu 30 minut.

- 5.8. Odłączyć odbiornik destylacji D. Popłukać rurkę łączącą i następnie miareczkować destylat roztworem wodorotlenku sodu (3.4) do zmiany zabarwienia wskaźnika na kolor zielony (3.6).

6. OBLICZENIA

Obliczenia zawartości siarczanu (TV) lub wodorosiarczanu (IV) w procentach masowych w próbce:

$$\% \text{ m/m. dwutlenku siarki} = \frac{3,2 M V}{m}$$

gdzie

M = molowe stężenie roztworu wodorotlenku sodu (3.4),

V == objętość roztworu wodorotlenku sodu (3.4) zużyta do miareczkowania
(5.8), w mililitrach,

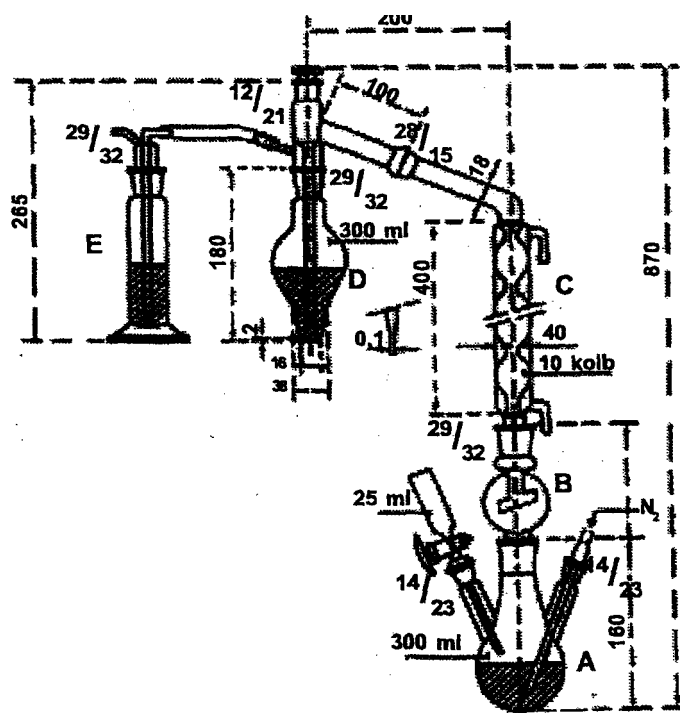
m = masa próbki (5.1), w gramach.

7. POWTARZALNOŚĆ⁶

Dla zawartości dwutlenku siarki 0,2% różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami wykonanymi dla tej samej próbki nie powinna być większa niż 0,006%.

Aparatura do destylacji dwutlenku siarki według Tannera

Wszystkie wymiary w mm



IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE CHLORANÓW METALI ALKALICZNYCH PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje identyfikowanie i oznaczanie chloranów w pastach do zębów i innych kosmetykach.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. ZASADA

Chlorany oddziela się od innych związków chlorowcowych przez chromatografię cienkowarstwową i identyfikuje przez utlenianie jodku potasu do jodu.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

2.1. Roztwory odniesienia: wodne roztwory chloranu, bromianu i jodan potasu (0,2% m/v), świeżo przygotowane.

2.2. Rozpuszczalnik rozwijający: roztwór amoniaku (28% m/v)/aceton/butanol (60:130:30obj.).

2.3. Jodek potasu, roztwór wodny (5% m/v).

2.4. Roztwór skrobi (1 do 5% m/v).

2.5. Kwas chlorowodorowy (IM).

2.6. Przygotowane fabrycznie celulozowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej (0,25 mm).

3. APARATURA

Zwykły sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej.

4. PROCEDURA

4.1. Ekstrahować około 1 g próbki wodą, przesączyć i rozcieńczyć do około 25 ml.

4.2. Nanieść na płytkę (2.6) 2 µl roztworu (4.1) razem z 2 µl porcjami wszystkich trzech roztworów odniesienia (2.1).

4.3. Umieścić płytkę w komorze i rozwijać rozpuszczalnikiem (2.2) metodą wstępującej chromatografii do około trzech czwartych długości płytki (2.6).

4.4. Wyjąć płytkę z komory i odparować rozpuszczalnik (uwaga: może trwać do dwóch godzin).

4.5. Spryskać płytkę roztworem jodku potasu (2.3) i pozostawić ją do wyschnięcia w ciągu około pięciu minut.

4.6. Spryskać płytkę roztworem skrobi (2.4) i pozostawić ją do wyschnięcia w ciągu około pięciu minut.

4.7. Spryskać płytkę kwasem chlorowodorowym (2.5).

5. OCENA

Jeśli chloran jest obecny w próbce, to po upływie pół godziny pojawi się na płytce błękitna plama (może być także plama brązowa) o wartości R_F w przybliżeniu 0,7 do 0,8.

Związek chlorowcowy	R_F
jodan	0-0,2
bromian (V)	0,5-0,6

Należy zauważyć, że bromiany i jodany ulegają reakcji natychmiast. Należy być ostrożnym, aby nie pomylić bromianów i chloranów.

B. OZNACZANIE

1. DEFINICJA

Zawartość chloranu w próbce oznaczona tą metodą jest wyrażona w procentach masowych chloranu.

2. ZASADA

Chloran ulega redukcji pyłem cynkowym w środowisku kwaśnym. Powstały chlorek mierzy się miareczkowaniem potencjometrycznym z użyciem roztworu azotanu srebra. Podobne oznaczenie przed redukcją pozwala określić możliwą obecność halogenków.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

3.1. Kwas octowy, 80% (m/m).

3.2. Pył cynkowy.

3.3. Mianowany roztwór azotanu srebra (0,1 M).

4. APARATURA

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2 Potencjometr wyposażony w elektrodę do wykrywania srebra.

5. PROCEDURA

5.1. Przygotowanie próbki

Zważyć dokładnie w probówce wirówki ilość „m” około 2 g próbki. Dodać około 15 ml kwasu octowego (3.1) i zamieszać starannie. Poczekać 30 minut i wirować w ciągu 15 minut przy 2 000 obr/min. Zlać roztwór znad osadu do 50 ml kolby miarowej. Powtórzyć wirowanie dwukrotnie dodając 15 ml kwasu octowego (3.1)

do pozostałości. Zebrać roztwory zawierające chloran w tej samej kolbie miarowej. Uzupełnić do kreski kwasem octowym (3.1).

5.2. **Redukcja chloranu**

Pobrać 20 ml roztworu 5.1. i dodać 0,6g pyłu cynkowego (3.2). Doprowadzić do wrzenia w kolbie wyposażonej w chłodnicę zwrotną. Po 30 minutach wrzenia schłodzić i przesączyć. Popłukać kolbę wodą. Przesączyć i połączyć z przesączeni poprzednim.

5.3. **Oznaczanie chlorku**

Miareczkować 20 ml przesącza (5.2) azotanem srebra (3.3) z zastosowaniem potencjometru (4.2). W ten sam sposób miareczkować 20 ml roztworu 5.1 azotanem srebra (3.3).

Notabene: Jeśli produkt zawiera pochodne bromu lub jodu, które mogą uwalniać bromki lub jodki po redukcji, krzywa miareczkowania będzie miała kilka punktów przegięcia. W tym przypadku Objętość użytego do miareczkowania roztworu (3.3) odpowiadająca chlorkowi jest różnicą między ostatnim i przedostatnim punktem przegięcia.

6. **OBLICZANIE**

Zawartość chloranu w próbce (% m/m) oblicza się z wzoru:

$$\text{chloran (Cl o)}\% \text{ m/m} = \frac{20,9(V - V')M}{m}$$

gdzie

V = objętość w mililitrach roztworu azotanu srebra (3.3) zużyta do miareczkowania roztworu 5.2.

V' = objętość w mililitrach roztworu azotanu srebra (3.3) zużyta do miareczkowania 20 mililitrów roztworu 5.1.

M = molarność mianowanego roztworu azotanu srebra (3.3).

m = masa próbki, w gramach.

7. **POWTARZALNOŚĆ⁶**

Dla zawartości chloranu 3-5% m/m różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,07% m/m

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE JODANU SODU

PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda opisuje procedurę identyfikowania i oznaczania jodanu sodu (INCI: SODIUM IODATE) w zmywalnych ze skóry i włosów kosmetykach, które go zawierają.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. ZASADA

Jodan sodu oddziela się od innych związków chlorowcowych przez chromatografię cienkowarstwową i identyfikuje przez utlenianie jodku do utworzenia jodu.

2. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej.

2.1. Roztwory odniesienia. Wodne roztwory chloranu, bromianu i jodanu potasu (0,01% m/v) świeżo przygotowane.

2.2. Roztwór rozwijający. Roztwór amoniaku (28% m/v)/aceton/butanol (60:130:30 obj.).

2.3. Jodek potasu, wodny roztwór (5% m/v).

2.4. Roztwór skrobi (1 do 5% m/v).

2.5. Kwas chlorowodorowy.

3. APARATURA

3.1. Przygotowane fabrycznie celulozowe płytki do chromatografii cienkowarstwowej (0,25 mm).

3.2. Zwykły sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej.

4. PROCEDURA

4.1. Ekstrahować około 1 g próbki wodą, przesączyć i rozcieńczyć do około 10 ml.

4.2. Nanieść 2 μ l otrzymanego roztworu na linię bazową płytki (3.1) razem z 2 μ l porcjami wszystkich trzech roztworów odniesienia (2.1).

4.3. Umieścić płytkę w komorze i rozwijać rozpuszczalnikami (2.2) metodą wstępującej chromatografii do około trzech czwartych długości płytki.

4.4. Wyjąć płytkę z komory i pozostawić do odparowania w temperaturze otoczenia (uwaga: może trwać do dwóch godzin).

4.5. Spryskać płytkę roztworem jodku potasu (2.3) i pozostawić do wyschnięcia na około pięć minut.

4.6. Spryskać płytkę roztworem skrobii (2.4) i pozostawić do wyschnięcia na około pięć minut.

4.7. Na końcu spryskać płytkę kwasem chlorowodorowym (2.5).

5. OCENA

Jeśli w próbce obecny jest jodan, natychmiast pojawia się błękitna plama (zabarwienie może być brązowe lub stawać się brązowe z upływem czasu) o wartości R_F od 0,0 do 0,2.

Należy zauważyć, że bromiany dają natychmiast ową barwną pianę o wartościach R_F od 0,5 do 0,6, a chlorany po około 30 minutach o wartościach R_F od 0,7 do 0,8 odpowiednio.

B. OZNACZANIE

1. DEFINICJA

Zawartość jodanu sodu oznaczona tą metodą jest wyrażona jako procent masowy jodanu sodu.

2. ZASADA

Jodan sodu rozpuszcza się w wodzie i oznacza metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej, używając kolejno kolumnę C 18 z fazą odwróconą i kolumnę z wymiennikiem anionowym.

3. ODCZYNNIKI

Wszystkie odczynniki powinny być czystości analitycznej i szczególnie odpowiednie do wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

3.1. Kwas chlorowodorowy (4M).

3.2. Siarczan sodu, wodny roztwór 5% m/v. 3-3. Jodan sodu, roztwór bazowy.

3.3. Przygotować roztwór bazowy zawierający 50 mg jodanu sodu w 100 ml wody.

3.4. Diwodoroortofosforan potasu.

3.5. 2-hydrat wodoroortofosforanu (V) disodu ($\text{NaHPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$).

3.6. Faza ruchoma HPLC: rozpuścić 3,88 g diwodoroortofosforanu (V) potasu (3.4) i 1,19 g 2'hydratu-wodoroortofosforanu (V) disodu (3.5) w 1 litrze wody.

PH otrzymanego roztworu wynosi 6,2.

3.7. Uniwersalny papierek wskaźnikowy pH 1-11.

4. APARATURA

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2. Bibuła filtracyjna, krążki o średnicy 110 mm, Schleicher and Schuli nr 575, lub równoważna.

4.3. Chromatograf do wysokosprawnej chromatografii cieczowej z detektorem o zmiennej długości fali.

- 4.4. Kolumny: długość 120 mm, średnica wewnętrzna: 4,6 mm; dwie kolumny połączone kolejno: pierwsza kolumna –Necleosil^R 5 C18 lub równoważna; druga kolumna -VydacTM-301-SB lub równoważna.

5. PROCEDURA

5.1. **Przygotowanie próbki**

5.1.1. *Próbki ciekłe (szampony)*

W 10 ml szklanej probówce wyskalowanej i zamykanej korkiem lub kolbie miarowej zważyć dokładnie odważkę analityczną około 1,0 g próbki.

Uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Przesączyć roztwór, jeśli potrzeba.

Oznaczyć jodan w roztworze metodą HPLC zgodnie z opisem w pkt. 5.2.

5.1.2. *Próbki stałe (mydła)*

Rozdrobnić starannie część próbki i zważyć odważkę analityczną około 1,0g w 100 ml szklanym cylindrze miarowym z korkiem. Uzupełnić wodą do 50 ml i wytrząsać energicznie w ciągu jednej minuty. Odwirować i przesączyć przez bibułę filtracyjną (4. 1.) i pozostawić mieszaninę do odstania co najmniej do następnego dnia.

Wytrząsnąć podobny do żelu roztwór i przesączyć go przez bibułę filtracyjną (4. 1.).

Oznaczyć jodan w przesączu metodą HPLC zgodnie z opisem w pkt. 5.2.

5.2. **Chromatografia**

Przepływ: 1 ml/min.

Długość fali detektora (4.2): 210 nm.

Wstrzykiwana objętość próbki: 10 ul.

Sposób pomiaru: obliczenie wielkości powierzchni pików.

5.3. **Kalibrowanie**

Do 50 ml kolb miarowych wprowadzić pipetą kolejno po 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 i 20,0 ml bazowego roztworu jodanu sodu (3.3).

Uzupełnić do kreski i wymieszać. Otrzymane w ten sposób roztwory zawierają odpowiednio 0,01; 0,02; 0,05; 0,10 i 0,20 mg jodanu sodu na ml.

Wprowadzić strzykawką kolejno 10 µl porcje wszystkich standardowych roztworów jodanu do chromatografu (4.2) i otrzymać ich chromatogramy.

Oznaczyć powierzchnie pików dla jodanu i wykreślić krzywą przedstawiającą

stosunek powierzchni pików do stężenia jodanu sodu.

6. OBLICZANIE

Obliczyć zawartość jodanu sodu w procentach masowych (% m/m) używając wzoru:

$$\% \text{ (m/m) jodanu sodu} = \frac{V_c}{10 m}$$

gdzie

m = masa w gramach odważki analitycznej (5.1),

V = całkowita objętość roztworu próbki, w mililitrach, otrzymanego jak opisano w pkt. 5.1,

C = stężenie, w miligramach na mililitr jodanu sodu otrzymanym z krzywej kalibracyjnej (5.3).

7. POWTARZALNOŚĆ⁶

Dla zawartości jodanu sodu 0,1% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonywanych dla tej samej próbki nie może przekraczać 0,002%.

8. POTWIERDZENIE

8.1. Zasada

W kwaśnym roztworze produktu kosmetycznego, jodan sodu (IO_3^-) jest zredukowany do jodku (I^-) przez siarczan i powstający w rezultacie roztwór jest badany metodą HPLC. Jeśli szczyt, przy czasie retencji korespondującym z czasem retencji jodanu, zanika po zastosowaniu siarczanu, pierwotny szczyt można uznać za efekt działania jodanu.

8.2. Procedura

Wprowadzić pipetą do kolby stożkowej 5 ml porcję roztworu próbki otrzymanego jak opisano w pkt. 5.1.

Doprowadzić pH roztworu do wartości 3 lub niższej dodatkiem kwasu chlorowodorowego (3.1); sprawdzić wartość pH uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym (3.7).

Dodać trzy krople roztworu siarczanu sodu (3.2.) i wymieszać.

Wprowadzić strzykawką 10 µl porcję roztworu do chromatografu cieczowego (4.2.).

Porównywać ten ostatni chromatogram z chromatogramem otrzymanym jak opisano w ust. 5 dla tej samej próbki.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE AZOTANU (V) SREBRA W PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH

A. Identyfikowanie

1. *Cel i zakres stosowania*

Celem metody jest identyfikowanie azotanu (V) srebra (INCI: SILVER NITRATE) jako srebra w produktach kosmetycznych zawierających wodę.

2. *Zasada*

Srebro identyfikuje się dzięki tworzeniu białego, charakterystycznego osadu z jonami chloru.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Kwas solny, roztwór 2 M.

3.2. Roztwór amoniaku: rozcieńczyć stężony roztwór wodorotlenku amonu ($d_{20} = 0,88 \text{ g/ml}$) równą ilością wody i wymieszać.

3.3. Kwas azotowy (V), roztwór 2 M.

4. *Aparatura*

4.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

4.2. Wirówka.

5. *Procedura*

5.1. Do około 1 g próbki w probówce wirówki dodawać kroplami 2 M roztwór kwasu solnego (3.1.) aż do całkowitego wytrącenia osadu; wymieszać i odwirować.

5.2. Odrzucić ciecz znajdującą się na powierzchni i przemyć jednokrotnie osad pięcioma kroplami zimnej wody. Wylać przemywki.

5.3. Dodać wodę w ilości równej masie osadu w probówce wirówki. Ogrzewać do wrzenia i wymieszać.

5.4. Odwirować gorącą próbkę, odrzucić ciecz znajdującą się na wierzchu.

5.5. Do osadu dodać kilka kropli roztworu amoniaku (3.2.); wymieszać i odwirować.

5.6. Do jednej kropli cieczy znajdującej się na szklanej płytce dodać kilka kropli 2 M roztworu kwasu azotowego (V) (3.3.)

5.7. Biały osad wskazuje na obecność srebra.

B. Oznaczanie

1. *Cel i zakres*

Metoda jest odpowiednia dla oznaczania azotanu (V) srebra jako srebra w

produktach kosmetycznych przeznaczonych do barwienia brwi i rzęs.

2. *Zasada*

Srebro oznacza się w produkcie metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Kwas azotowy (V), roztwór 0,02 M.

3.2. Roztwory mianowane srebra.

3.2.1. Bazowy roztwór mianowany srebra zawierający 1000 µg/ml w 0,5 M roztworze kwasu azotowego (V) („SpectrosoL” lub równorzędny).

3.2.2. Roztwór mianowany srebra zawierający 100 µg/ml: przenieść pipetą 10 ml bazowego roztworu mianowanego srebra (3.2.1.) do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość 0,02 M roztworem kwasu azotowego (V) (3.1.) i wymieszać. Mianowany roztwór powinien być świeży i przechowywany w butelce z ciemnego szkła.

4. *Aparatura*

4.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

4.2. Spektrofotometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania srebra.

5. *Procedura*

5.1. Przygotowanie próbki.

Odważyć dokładnie około 0,1 g (m gramów) jednolitej (homogenicznej) próbki produktu. Przenieść ilościowo odważkę do jednolitrowej kolby miarowej. Uzupełnić objętość 0,02 M roztworem kwasu azotowego (V) (3.1.) i wymieszać.

5.2. Warunki analizy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej:

plomień: powietrze - acetylen

długość fali: 338,3 nm

korekta tła: stosuje się

własności płomienia: ubogi, dla uzyskania maksymalnej absorbancji konieczna będzie optymalizacja wysokości palnika i warunków spalania.

5.3. Kalibrowanie

5.3.1. Przenieść pipetą po 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 ml roztworu mianowanego srebra (3.2.2.) do serii 100 ml kolb miarowych, uzupełnić objętość w każdej kolbie do kreski 0,02 M roztworem kwasu azotowego (3.1.) i wymieszać. Roztwory te

zawierają odpowiednio 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 mg srebra w milimetrze.

- 5.3.2. Zmierzyć absorbancję 0,02 M roztworu kwasu azotowego (V) (3.1.) i stosować uzyskaną wartość jako odpowiadającą zerowemu stężeniu srebra dla krzywej odwzorowania. Zmierzyć absorbancję każdego roztworu mianowanego srebra do odwzorowania (5.3.1.). Wykreślić krzywą odwzorowania odpowiadającą stosunkom wartości absorbancji do stężenia srebra.

5.4. *Oznaczanie*

Zmierzyć absorbancję roztworu próbki (5.1.) Z krzywej odwzorowania odczytać stężenie srebra odpowiadające wartości absorbancji otrzymanej dla roztworu próbki.

6. *Obliczenie*

Obliczenie zawartości azotanu (V) srebra w próbce, w procentach masowych (% mm) z zastosowaniem wzoru:

$$\% \text{ (m/m) azotanu (V) srebra} = \frac{1,5748 \times c}{10 \times m}$$

w którym:

m = masa w gramach próbki pobranej do analizy (5.1.),

c = stężenie srebra w roztworze próbki (5.1.), mikrogramów w mililitrze otrzymane w krzywej odwzorowania.

7. *Powtarzalność*¹⁴

Dla zawartość azotanu (V) srebra wynoszącej 4% (m/m) różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych równolegle dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,05% (m/m).

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE DISIARCZKU SELENU W SZAMPONACH PRZECIWLUPIEŻOWYCH

A. Identyfikowanie

1. *Cel i zakres stosowania*

Celem metody jest identyfikowanie disiarczku selenu jako selenu w szamponach przeciwłupieżowych.

2. *Zasada*

Selen identyfikuje się poprzez charakterystyczny kolor od żółtego do

¹⁴ ISO 5725

pomarańczowego powstający w reakcji z mocznikiem i jodkiem potasu.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Kwas azotowy (V) stężony, $d_{20} = 1,42$ g/ml

3.2. Mocznik

3.3. Jodek potasu, roztwór 10% (m/v); rozpuścić 10 g jodku potasu w 100 ml wody

4. *Aparatura*

4.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

4.2. Rurka do wytrawiania, 100 ml objętości.

4.3. Ogrzewany blok do wytrawiania.

4.4. Bibuła filtracyjna (Whatman nr 42 lub równoważna) lub filtr membranowy o średnicy porów 0,45 μ m.

5. *Procedura*

5.1. Do około 1 g szamponu w rurce do trawienia (4.2.) dodać 2,5 ml stężonego kwasu azotowego (V) (3.1.) i wytrawić w temperaturze 150°C w ciągu 30 minut w ogrzewanym bloku do wytrawiania (4.3.).

5.2. Rozcieńczyć wytrawioną próbkę wodą do 25 ml i przesączyć przez bibułę filtracyjną lub filtr membranowy o średnicy porów 0,45 mm (4.4.).

5.3. Do 2,5 ml przesączu dodać 5 ml wody 2,5 g mocznika (3.2.) i ogrzewać do wrzenia. Schłodzić i dodać 1 ml roztworu jodku potasu (3.3.).

5.4. Zabarwienie od żółtego do pomarańczowego, które ciemnieje podczas przechowywania wskazuje na obecność selenu.

B. Oznaczanie

1. *Cel i zakres*

Celem metody jest oznaczanie disiarczku selenu jako selenu w szamponach przeciwłupieżowych zawierających do 4,5% (m/m) disiarczku selenu.

2. *Zasada*

Próbka jest wytrawiona kwasem azotowym (V), w powstałym roztworze selen jest oznaczony za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Kwas azotowy (V) stężony, $d_{20} = 1,42$ g/ml.

3.2. Kwas azotowy (V), roztwór 5% (obj.): dodać ze stałym mieszaniem 50 ml stężonego kwasu azotowego (V) (3.1.) do 500 ml wody w zlewce. Przenieść ten

roztwór do jednolitrowej kolby miarowej i uzupełnić objętość wodą do kreski.

- 3.3. Bazowy mianowany roztwór selenu zawierający 1000 µg/ml w 0,5 M kwasie azotowym (V) („SpectrosoL” lub równoważny).

4. *Aparatura*

- 4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.
- 4.2. Rurka do wytrawiania, 100 ml objętości.
- 4.3. Ogrzewany blok do wytrawiania.
- 4.4. Bibuła filtracyjna (Whatman nr 42 lub równoważna) lub filtr membranowy o średnicy porów 0,45 mm.
- 4.5. Spektrofotometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania selenu.

5. *Procedura*

- 5.1. Przygotowanie próbek.
- 5.1.1. Zważyć dokładnie około 0,2 g (m gramów) jednolitej (homogenicznej) próbki szamponu w rurce do wytrawiania (4.2.).
- 5.1.2. Dodać 5 ml stężonego kwasu azotowego (V) (3.1.) i wytrawiać w 150°C w ciągu jednej godziny w ogrzewanym bloku do wytrawiania (4.3.).
- 5.1.3. Pozostawić roztwór do schłodzenia i rozcieńczyć wodą do 100 ml. Przesączyć przez bibułę filtracyjną lub filtr membranowy o średnicy porów 0,45 mm (4.4.) i zachować przesącz do wykonania oznaczenia.
- 5.2. Warunki analizy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej:
płomień: powietrze-acetylen
długość fali: 196,0 nm
korekcja tła: stosuje się
własności płomienia: ubogi, dla uzyskania maksymalnej absorbancji konieczna będzie optymalizacja wysokości palnika i warunków spalania.
- 5.3. Kalibrowanie
- 5.3.1. Przenieść pipetą po 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 ml bazowego roztworu mianowanego selenu (3.3.) do serii 100 ml kolb miarowych. Uzupełnić objętość we wszystkich kolbach do kreski 5% (obj.) roztworem kwasu azotowego (V) (3.2.) i wymieszać. Roztwory te zawierają odpowiednio po 10, 20, 30, 40 i 50 µg selenu w mililitrze.
- 5.3.2. Zmierzyć absorbancję 5% (obj.) roztworu kwasu azotowego (V) (3.2.) i stosować uzyskaną wartość jako odpowiadającą zerowemu stężeniu selenu dla krzywej

odwzorowania. Zmierzyć absorbancję wszystkich mianowanych roztworów selenu do kalibrowania (5.3.1.) Wykreślić krzywą odwzorowania odpowiadającą stosunkom wartości absorbancji do stężenia selenu.

5.4. *Oznaczenie*

Zmierzyć absorbancję roztworu próbki (5.1.3.). Z krzywej odwzorowania odczytać stężenie selenu odpowiadające wartości absorbancji otrzymanej do roztworu próbki.

6. *Obliczenie*

Obliczyć zawartość disiarczku selenu w próbce, w procentach masowych (% m/m.), z zastosowaniem wzoru:

$$\% \text{ (m/m) disiarczku selenu} = 1 \frac{1,812 \times c}{100 \times m}$$

w którym:

m = masa w gramach próbki pobranej do analizy (5.1.),

c = stężenie selenu w roztworze próbki (5.1.3.), mikrogramów w mililitrze, otrzymane z krzywej odwzorowania.

7. *Powtarzalność*⁹

Dla zawartości selenu wynoszącej 1% (m/m) różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych równolegle dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,05% (m/m).

OZNACZANIE ROZPUSZCZALNYCH POSTACI BARU I STRONTU W PIGMENTACH W FORMIE SOLI I LAK

A. Oznaczenie rozpuszczalnego baru

1. *Cel i zakres stosowania*

Metoda podaje procedurę ekstrakcji i oznaczania rozpuszczalnego baru z pigmentów w formie soli i lak.

2. *Zasada*

Pigment ekstrahuje się 0,07 M roztworem kwasu solnego w określonych warunkach i ilość baru w ekstrakcie oznacza się metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. *Alkohol etylowy absolutny.*

- 3.2. Kwas solny, roztwór 0,07 M.
- 3.3. Kwas solny, roztwór 0,5 M.
- 3.4. Chlorek potasu, roztwór 8% (m/m); rozpuścić 16 g chlorku potasu w 200 ml 0,07 M roztworu kwasu solnego (3.2.).
- 3.5. Mianowany roztwór baru.
- 3.5.1. Bazowy mianowany roztwór baru zawierający 1000 µg/ml w 0,5 M roztworze kwasu azotowego (V) („SpectrosoL” lub równoważny).
- 3.5.2. Mianowany roztwór baru zawierający 200 µg/ml: przenieść pipetą 20,0 ml bazowego roztworu mianowanego baru (3.5.1.) do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość do kreski 0,07 M roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać.
- 4. *Aparatura*
- 4.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.
- 4.2. Pehametr o dokładności $\pm 0,02$ jednostek.
- 4.3. Przegubowa wytrząsarka do kolb.
- 4.4. Filtr membranowy o średnicy porów 0,45 mm.
- 4.5. Spektrofotometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania baru.
- 5. *Procedura*
- 5.1. Przygotowanie próbki.
- 5.1.1. Odważyć dokładnie około 0,5 g (m gramów) pigmentu w kolbie stożkowej. Dla zapewnienia wystarczającej objętości, do energicznego mieszania nie należy używać kolb o objętości mniejszej niż 150 ml.
- 5.1.2. Dodać pipetą 1,0 ml alkoholu etylowego (3.1.) i obracać kolbę, aby zapewnić dokładne zwilżenie pigmentu. Dodać z biurety oznaczoną ilość 0,07 M roztworu kwasu solnego (3.2.) wymaganą dla otrzymania stosunku „objętości kwasu” do „masy pigmentu” wynoszącej dokładnie 50 mililitrów na gram. Oznaczyć całkowitą objętość ekstraktu łącznie z alkoholem etylowym jako „V” w ml. Wymieszać zawartość kolby ruchem wirowym w ciągu pięciu sekund dla zapewnienia dokładnego wymieszania zawartości.
- 5.1.3. Z pomocą pehametru (4.2.) zmierzyć pH otrzymanej suspensji i jeśli wynosi ono powyżej 1,5 dodać kroplami 0,5 M roztwór kwasu solnego (3.3.) aż do uzyskania pH 1,4-1,5.
- 5.1.4. Zamknąć kolbę korkiem i natychmiast wytrząsnąć w ciągu 60 minut w

wytrząsarce przegubowej do kolb (4.3.). Wytrząsarka musi działać z wystarczająco dużą szybkością, tak aby wytworzyła się piana. Przesączyć przez filtr membranowy o średnicy porów 0,45 μm (4.4.) i zebrać przesącz. Nie należy wirować ekstraktu przed przesączeniem. Przenieść pipetą 5,0 ml przesączu do 50 ml kolby miarowej; uzupełnić objętość do kreski 0,07 M kwasu solnego (3.2.) i wymieszać. Ten roztwór używa się do oznaczania strontu (dział B).

5.1.5. Do 100 ml kolby miarowej przenieść pipetą 5,0 ml roztworu chlorku potasu (3.4.) i pewną objętość (WBa ml) rozcieńczonego przesączu (5.1.4.) dla otrzymania spodziewanego stężenia pomiędzy 3 i 10 mg baru na mililitr. (Objętość 10 ml powinna być zadawalającym punktem wyjściowym.) Uzupełnić objętość w kolbie do kreski 0,07 M roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać.

5.1.6. Tego samego dnia oznaczyć stężenie baru w roztworze (5. l. 5.) metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.2. Warunki analizy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej:

 płomień: podtlenek azotu/acetylen

 długość fali: 553,5 nm

 korekcja tła: nie stosuje się

 własności płomienia: ubogi, dla uzyskania maksymalnej absorbancji konieczna będzie optymalizacja wysokości palnika i warunków spalania.

5.3. Kalibrowanie

5.3.1. Przenieść pipetą do 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 ml roztworu mianowanego baru (3.5.2.) do serii 100 ml kolb miarowych. Do każdej kolby dodać pipetą 5,0 ml roztworu chlorku potasu (3.4.); uzupełnić objętość do kreski 0,07 M roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać. Roztwory te zawierają odpowiednio 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10 mg baru na mililitr. Ślepą próbę przygotować podobnie, bez dodawania roztworu mianowanego baru.

5.3.2. Zmierzyć absorbancję ślepej próby (5.3.1.) i stosować uzyskaną wartość jako odpowiadającą zerowemu stężeniu baru dla krzywej odwzorowania. Zmierzyć absorbancję wszystkich mianowanych roztworów baru do kalibrowania (5.3.1.) Wykreślić krzywą odwzorowania odpowiadającą stosunkom wartości absorbancji do stężenia baru.

5.4. Oznaczanie

Zmierzyć absorbancję roztworu próbki (5.1.5.) z krzywej odwzorowania odczytać

stężenie baru odpowiadające wartości absorbancji otrzymanej dla roztworu próbki.

6. *Obliczenie*

Zawartość rozpuszczalnego baru (% m/m) w pigmentcie jest wyrażona wzorem:

$$\% \text{ (m/m) rozpuszczalnego baru} = \frac{c \times V}{10W_{Ba} \times m}$$

w którym:

m = masa w gramach próbki pobranej do analizy (5.1.1),

c = stężenie baru w roztworze próbki (5.1.5.) w mikrogramach na mililitr, otrzymana z krzywej odwzorowania,

V = całkowita objętość ekstraktu w mililitrach (5.1.2.),

W_{Ba} = objętość ekstraktu w mililitrach, według pkt. 5.1.5.

7. *Powtarzalność*

Najlepsza dostępna ocena powtarzalności (ISO 5725) dla tej metody wynosi 0,3% dla zawartości rozpuszczalnego baru wynoszącej 2% (m/m).

8. *Uwagi*

8.1.1. W pewnych warunkach absorbancja baru może wzrosnąć w obecności wapnia. Temu wzrostowi można przeciwdziałać dodając jon magnezu w stężeniu 5g na litr¹⁵.

8.2. Zastosowanie metody plazmy sprzężonej indukcyjnie - emisyjnej spektrometrii atomowej jest dozwolone jako metody alternatywnej w stosunku do płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

B. Oznaczanie rozpuszczalnego strontu

1. *Cel i zakres stosowania*

Metoda podaje procedurę ekstrakcji i oznaczania rozpuszczalnego strontu z pigmentów w formie soli lub lak.

2. *Zasada*

Pigment ekstrahuje się 0,07 M roztworem kwasu solnego w określonych warunkach, a ilość strontu w ekstrahentach oznacza się metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. *Odczynniki*

¹⁵ Magnez jako modyfikator do oznaczania baru przez płomieniową emisyjną spektrometrię atomową. Jerrow M i inni, Analytical Proceedings, 1991 r., 28 z 40.

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

- 3.1. Alkohol etylowy absolutny.
- 3.2. Kwas solny, 0,07 M roztwór.
- 3.3. Chlorek potasu, roztwór 8% (m/v); rozpuścić 16 g chlorku potasu w 200 ml 0,07 M roztworu kwasu solnego (3.2.).
- 3.4. Mianowane roztwory strontu.
 - 3.4.1. Bazowy mianowany roztwór strontu zawierający 1000 ug/ml w 0,5 M roztworze kwasu azotowego (V) („SpectrosoL” lub równoważny).
 - 3.4.2. Mianowany roztwór strontu zawierający 100 ug/ml: przenieść pipetą 10,0 ml bazowego roztworu mianowanego strontu (3.4.1.) do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość do kreski 0,07 M roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać.
4. *Aparatura*
 - 4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.
 - 4.2. Filtr membranowy o średnicy porów 0,45 mm.
 - 4.3. Spektrofotometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania strontu.
5. *Procedura*
 - 5.1. Przygotowanie próbki.

Roztworu przygotowanego w A.5.1.4. używa się do oznaczania zawartości rozpuszczalnego strontu.

 - 5.1.1. Do 100 ml kolby miarowej przenieść pipetą 5,0 ml roztworu chlorku potasu (3.3.) i pewną objętość ($W_{sr.ml}$) rozcieńczonego przesączu (A.5.1.4.) do otrzymania oczekiwanego stężenia między 2 i 5 μg strontu na mililitr. (Objętość 25 ml powinna być zadawalającym punktem wyjściowym). Uzupełnić objętość do kreski 0,07 M roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać.
 - 5.1.2. Oznaczyć stężenie strontu w roztworze (5.1.1.) metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej tego samego dnia.
 - 5.2. Warunki analizy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej:

plomień: podtlenek azotu/acetylen
długość fali: 460,7 nm
korekcja tła: nie stosuje się
własności płomienia: ubogi; dla uzyskania maksymalnej absorbancji konieczna będzie optymalizacja wysokości palnika i warunków

spalania.

5.3. Kalibrowanie.

5.3.1. Przenieść pipetą po 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 ml roztworu mianowanego strontu (3.4.2.) do serii 100 ml kolb miarowych. Do wszystkich kolb dodać pipetą po 5,0 ml roztworu chlorku potasu (3.3.); uzupełnić objętość do kreski 0,07 M roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać. Roztwory te zawierają odpowiednio 1,0, 2,0, 4,0 i 5,0 ag strontu w mililitrze. Podobnie przygotować ślepą próbę bez dodawania roztworu mianowanego strontu.

5.3.2. Zmierzyć absorbancję roztworu ślepej próby (5.3.1.) i stosować uzyskaną wartość jako odpowiadającą zerowemu stężeniu stromi dla krzywej odwzorowania odpowiadającej stosunkom wartości pików absorbancji do stężenia strontu.

5.4. Oznaczanie

Zmierzyć absorbancję roztworu próbki (5.1.1.). Z krzywej odwzorowania odczytać stężenie strontu odpowiadające wartości absorbancji otrzymanej dla roztworu próbki.

6. Obliczenie

Zawartość rozpuszczalnego strontu (% m/m) w pigmentie jest wyrażona wzorem:

$$\% \text{ (m/m) rozpuszczalnego strontu} = \frac{c \times V}{10W_{\text{sr}} \times m}$$

w którym:

m = masa próbki pobranej do analizy (A.5. 1. 1.) w gramach,

c = stężenie strontu w roztworze próbki (5.1.1.) otrzymane z krzywej odwzorowania w mikrogramach na mililitr,

V = objętość ekstraktu w mililitrach (A.5.1.2.),

W = objętość ekstraktu w mililitrach, jak w ppkt. 5.1.1.

7. Powtarzalność

Najlepsza dostępna ocena powtarzalności (ISO 5725) dla tej metody wynosi 0,09% dla zawartości rozpuszczalnego strontu wynoszącej 0,6% (m/m).

8. Uwaga

Zastosowanie metody plazmy sprzężonej indukcyjnie - emisyjnej spektrometrii atomowej jest dozwolone jako metody alternatywnej w stosunku do płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE ALKOHOLU BENZYLOWEGO W PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH

A. Identyfikowanie

1. *Cel i zakres stosowania*

Celem metody jest identyfikowanie alkoholu benzyłowego w produktach kosmetycznych.

2. *Zasada*

Alkohol benzyłowy identyfikuje się metodą chromatografii cienkowarstwowej na płytkach z żelą krzemionkowym.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Alkohol benzyłowy

3.2. Chloroform

3.3. Alkohol etylowy absolutny

3.4. n-Pentan

3.5. Rozpuszczalnik rozwijający: eter dietyłowy

3.6. Mianowany roztwór alkoholu benzyłowego: odważyć 0,1 g alkoholu benzyłowego (3.1.) w 100 ml kolbie miarowej, uzupełnić objętość do kreski alkoholem etylowym (3.3.) i wymieszać.

3.7. Płytki do chromatografii cienkowarstwowej, szklane, 100 x 200 mm lub 200 x 200 mm, pokryte warstwą żelu krzemionkowego o grubości 0,25 mm.

3.8. Środek wywołujący: kwas dodekamolibdenianofosforowy 10% (m/v) roztwór w alkoholu etylowym (3.3.).

4. *Aparatura*

4.1. Zwykła aparatura do chromatografii cienkowarstwowej.

4.2. Zbiornik chromatograficzny, komora z dwoma zagłębieniami, o ogólnych przybliżonych wymiarach 80 x 230 mm x 240 mm.

4.3. Bibuła chromatograficzna: Whatman lub równoważna.

4.4. Lampa o promieniowaniu w zakresie nadfioletu, długość fali 254 nm.

5. *Procedura*

5.1. Przygotowanie próbki.

W 10 ml kolbie miarowej zważyć 1,0 g analizowanego produktu. Dodać 3 ml chloroformu (3.2.) i wytrząsać energicznie aż do zdyspergowania produktu. Uzupełnić objętość alkoholem etylowym (3.3.) do kreski i wytrząsnąć energicznie

do powstawania klarownego lub prawie klarownego roztworu.

- 5.2. Chromatografia cienkowarstwowa.
- 5.2.1. Wysycać komorę chromatograficzną (4.2.) n-pentanem następująco: wyłożyć ścianki komory chromatograficznej przylegające do ściany tylnego zagłębienia bibułą chromatograficzną (4.3.) upewniając się, że dolny brzeg bibuły znajduje się w zagłębieniu. Przenieść 25 ml n-pentanu (3.4.) do tylnego zagłębienia nalewając ten rozpuszczalnik ponad widoczną powierzchnię bibuły chromatograficznej wykładającej ściany. Natychmiast zamknąć pokrywę i pozostawić komorę na 15 minut.
- 5.2.2. Nanieść 10 ml roztworu próbki (5.1.) i 10 ml roztworu mianowanego alkoholu benzyłowego (3.6.) w odpowiednich punktach linii startowej płytki do chromatografii cienkowarstwowej (3.7.). Pozostawić do wyschnięcia.
- 5.2.3. Do przedniego zagłębienia komory wprowadzić pipetą 10 ml eteru dietyłowego (3.5.) i następnie natychmiast umieścić płytkę (5.2.2.) w tym samym zagłębieniu. Szybko zamknąć pokrywę komory i rozwijać chromatogram na płytce na odległość 150 mm. Usunąć płytkę z komory chromatograficznej i pozostawić do wyschnięcia w temperaturze pokojowej.
- 5.2.4. Obserwować płytkę (5.2.3.) w świetle nadfioletowym i zaznaczyć położenie fioletowych plam. Spryskać płytkę środkiem wywołującym (3.8.) i następnie ogrzewać płytkę w temperaturze 120°C w ciągu około 15 minut. Alkohol benzyłowy występuje jako ciemnoniebieska plama.
- 5.2.5. Obliczyć wartość R_f otrzymaną dla roztworu mianowanego alkoholu benzyłowego. Ciemnoniebieska plama o tym samym czasie retencji R_f , otrzymana z roztworu próbki wskazuje na obecność alkoholu benzyłowego. Granica wykrywalności: 0,1 µg alkoholu benzyłowego.

B. Oznaczanie

1. *Cel i zakres stosowania*
Celem metody jest oznaczanie alkoholu benzyłowego w produktach kosmetycznych.
2. *Definicja*
Ilość alkoholu benzyłowego oznaczana tą metodą jest wyrażona w procentach masowych (% m/m).
3. *Zasada*
Próbkę ekstrahuje się metanolem i ilość alkoholu benzyłowego w ekstrakcie

oznacza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

4. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

4.1. Metanol

4.2. 4-Etoksyfenol

4.3. Alkohol benzyłowy

4.4. Faza ruchoma: metanol (4-l.ywoda (45:55 obj.)

4.5. Bazowy roztwór alkoholu benzyłowego: w 100 ml kolbie miarowej dokładnie odważyć około 0,1 g alkoholu benzyłowego (4.3.). Uzupełnić objętość metanolem (4.1.) do kreski i wymieszać.

4.6. Bazowy wewnętrzny roztwór mianowany: w 100 ml kolbie miarowej zważyć dokładnie około 0,1 g etoksyfenoli (4.2.). Uzupełnić objętość metanolem (4.1.) do kreski i wymieszać.

4.7. Roztwory mianowane: do serii 25 ml kolb miarowych wprowadzić pipetą podane w poniższej tabeli ilości bazowego roztworu alkoholu benzyłowego (4.5.) i bazowego wewnętrznego roztworu mianowanego (4.6.). Uzupełnić objętość do kreski metanolem (4.1.) i wymieszać.

Roztwór mianowany	Stężenie alkoholu benzyłowego		Stężenie 4-etoksyfenolu	
	Dodana ilość, w ml(4.5.)	µg/ml*	Dodana ilość, w ml (4.6.)	µg/ml*
I	0,5	20	2	80
N	1,0	40	2	80
M	2,0	80	2	80
IV	3,0	120	2	80
V	5,0	200	2	80

* Wartości te podano jako wskazówkę i odpowiadają one stężeniom roztworów mianowanych przygotowanych z użyciem roztworów alkoholu benzyłowego (4.5.) i 4-etoksyfenolu (4.6.), które zawierają odpowiednio ściśle 0,1% (m/v) alkoholu benzyłowego i ściśle 0,1% (m/v) 4-etoksyfenolu.

5. *Aparatura*

5.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

- 5.2. Zestaw do wysokosprawnej chromatografii cieczowej z detektorem w zakresie długości fal ultrafioletowych o zmiennej długości fali i objętością pętli przy wstrzykiwaniu 10 ml próbki.
- 5.3. Chromatograficzna kolumna analityczna: 250 mm x 4,6 mm ze stali kwasoodpornej wypełniona 5 mm Sphedisorb ODS lub równoważnym wypełnieniem.
- 5.4. Łaźnia wodna
- 5.5. Łaźnia ultradźwiękowa
- 5.6. Wirówka
- 5.7. Probówki do wirówki o objętości 15 ml
- 6. *Procedura*
 - 6.1. Przygotowanie próbki
 - 6.1.1. W probówce wirówki (5.7.) odważyć dokładnie około 0,1 g (m gramów) próbki i dodać 5 ml metanolu (4.1.).
 - 6.1.2. Ogrzewać w łaźni wodnej utrzymywanej w temperaturze 50°C w ciągu 10 minut, następnie umieścić probówkę w łaźni ultradźwiękowej (5.5.), aż do czasu kiedy próbka będzie dokładnie zdyspergowana.
 - 6.1.3. Schłodzić, następnie wirować próbkę przy 3 500 obr./minutę w ciągu pięciu minut.
 - 6.1.4. Przenieść ciecz znajdującą się na wierzchu do 25 ml kolby miarowej.
 - 6.1.5. Ponownie ekstrahować próbkę dalszymi 5 ml metanolu (4.1.). Połączyć ekstrakty w 25 ml kolbie miarowej.
 - 6.1.6. Przenieść pipetą do 25 ml kolby miarowej 2,0 ml bazowego wewnętrznego roztworu mianowanego (4.6.). Uzupełnić objętość metanolem (4.1.) do kreski i wymieszać. Ten roztwór jest używany w etapie oznaczania analizy opisanym w ppkt. 6.4.
 - 6.2. Chromatografia
 - 6.2.1. Przygotować zestaw do wysokosprawnej chromatografii cieczowej (5.2) w zwykły sposób. Nastawić szybkość przepływu fazy ruchomej (4.4.) na 2,0 ml na minutę.
 - 6.2.2. Nastawić długość fali w detektorze w zakresie fal ultrafioletowych (5.2.) na 210 nm.
 - 6.3. Kalibrowanie
 - 6.3.1. Wprowadzić strzykawką kolejno po 10 ml wszystkich mianowanych roztworów

alkoholu benzyłowego (4.7.) i zmierzyć powierzchnie pików alkoholu benzyłowego i 4-etoksyfenolu.

- 6.3.2. Dla każdego roztworu mianowanego alkoholu benzyłowego (4.7.) obliczyć stosunek powierzchni pików alkoholu benzyłowego do powierzchni pików 4-etoksyfenolu. Wykreślić krzywą odwzorowania oznaczając te stosunki na osi rzędnych i odpowiadające im stężenia alkoholu w mg na mililitr na osi odciętych.

6.4. Oznaczanie

- 6.4.1. Wprowadzić strzykawką 10 ml roztworu próbki (6.1.6.) i zmierzyć powierzchnie pików alkoholu benzyłowego i 4-etoksyfenolu. Obliczyć stosunek powierzchni pików alkoholu benzyłowego do powierzchni pików 4-etoksyfenolu. Powtórzyć ten proces z dalszymi porcjami po 10 ml roztworów próbki aż do otrzymania zgodnych wyników.

- 6.4.2. Z krzywej odwzorowania (6.3.2.) odczytać stężenie alkoholu benzyłowego odpowiadające stosunki powierzchni pików alkoholu benzyłowego do powierzchni pików 4-etoksyfenolu.

7. *Obliczyć*

Obliczyć zawartość alkoholu benzyłowego w próbce w procentach masowych, stosując wzór:

$$\% \text{ (m/m) alkoholu benzyłowego} = \frac{c}{400 \times m}$$

w którym:

m = masa w gramach próbki pobranej do analizy (6.1.1.)

c = stężenie alkoholu benzyłowego w roztworze próbki (6.1.6.) w mikrogramach na mililitr, otrzymane z krzywej odwzorowania.

8. *Powtarzalność*⁹

Dla zawartości alkoholu benzyłowego 1% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć 0,10%.

**IDENTYFIKOWANIE CYRKONU I OZNACZANIE CYRKONU, GLINU I CHLORU
W NIEAEROZOŁOWYCH PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH
PRZECIWPOTOWYCH**

Przedstawiono pięć procedur analitycznych A. Identyfikowanie cyrkonu. B.

Oznaczanie cyrkonu C. Oznaczanie glinu D. Oznaczanie chloru. E. Obliczenie stosunków atomów glinu do atomów cyrkonu i sumy atomów glinu i cyrkonu do atomów chloru.

A. Identyfikowanie cyrkonu

1. *Cel i zakres stosowania*

Celem metody jest identyfikowanie cyrkonu w nieaerozolowych produktach kosmetycznych przeciwpotowych. Nie usiłowano opisać metod odpowiednich do identyfikowania kompleksu glinowo-cyrkonowo-chlorowo-wodorotlenowego $[Al_xZi(OH)_yCl \cdot nH_2O]$.

2. *Zasada*

Cyrkon identyfikuje się dzięki tworzeniu z czerwienią alizarynową S charakterystycznego czerwono-fioletowego osadu w środowisku silnie kwaśnym.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1 Kwas solny stężony, $d_{20} = 1,18$ g/ml

3.2. Czerwień alizarynową S (C.1.58005); 2% (m/v) wodny roztwór soli sodowej kwasu alizarynosulfonowego.

4. *Aparatura*

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

5. *Procedura*

5.1. Do około 1 g próbki w probówce dodać 2 ml wody. Zamknąć probówkę i wytrząsnąć.

5.2. Dodać trzy krople czerwieni alizarynowej S (3.2.) i następnie 2ml stężonego kwasu solnego (3.1.), zamknąć i wytrząsnąć.

5.3. Pozostawić do odstania na około dwie minuty.

5.4. Czerwono-fioletowe zabarwienie cieczy i osadu znajdujące się na wierzchu wskazuje na obecność cyrkonu.

B. Oznaczanie cyrkonu

1. *Cel i zakres stosowania*

Metoda jest odpowiednia do oznaczania cyrkonu w kompleksach glinowo-cyrkonowo-chlorkowo-wodorotlenowych do maksymalnego stężenia 7,5% (m/m) cyrkonu w nieaerozolowych środkach przeciwpotowych.

2. *Zasada*

Cyrkon ekstrahuje się z produktu w kwaśnym środowisku i oznacza metodą

płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. Odczynniki

Wszystkie odczynniki muszą być czystością analitycznej.

3.1. Kwas solny, stężony, $d_{20} = 1,18$ g/ml

3.2. Kwas solny, roztwór 10% (v/v): do 500 ml wody w zlewce dodać 100 ml stężonego kwasu solnego (3.1.), dokładnie wymieszać. Przenieść roztwór do jednoliterowej kolby miarowej i uzupełnić wodą do kreski.

3.3. Bazowy mianowany roztwór cyrkonu zawierający 1000 mg/ml w 0,5 M roztworze kwasu solnego („SpectrosoL” lub równoważny).

3.4. 6-hydrat chlorku glinu [$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]: odczynnik; rozpuścić 22,6 g 6-hydratu chloru glinu w 250 ml 10% (v/v) roztworu kwasu solnego (3.2.).

3.5. Odczynnik chlorku amonu: rozpuścić 5,0 g chlorku amonu w 250 ml 10% (v/v) roztworu kwasu solnego (3.2.).

4. APARATURA

4.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

4.2. Mieszadło magnetyczne z ogrzewaniem.

4.3. Bibuła filtracyjna (Whatman nr 41 lub równoważna).

4.4. Spektrofotometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnękową do oznaczania cyrkonu.

5. PROCEDURA

5.1. Przygotowanie próbki.

5.1.1. Odważyć dokładnie około 1,0 g (m gramów) jednorodnej próbki produktu w 150 ml zlewce. Dodać 40 ml wody i 10 ml kwasu solnego (3.1.).

5.1.2. Umieścić zlewkę w mieszadle magnetycznym z ogrzewaniem (4.2.) Rozpocząć mieszanie i ogrzewać do wrzenia. Umieścić szkiełko zegarkowe na zlewce, aby zapobiec szybkiemu wysychaniu. Ogrzewać do wrzenia w ciągu pięciu minut, zdjąć zlewkę z mieszadła i schłodzić do temperatury pokojowej.

5.1.3. Przesączyć zawartość zlewki przez bibułę filtracyjną (4.3.) do 100 ml kolby miarowej. Przepłukać zlewkę dwoma 10 ml porcjami wody i dodać przemywki po przesączeniu do kolby miarowej. Uzupełnić objętość wodą do kreski i wymieszać. Ten roztwór używa się również do oznaczania glinu (dział C).

5.1.4. Przenieść pipetą 20,00 ml roztworu próbki (5.1.3.), 5,00 ml odczynnika chlorku glinu (3.4.) i 5,00 ml odczynnika chlorku amonu (3.5.) do 50 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość 10% (v/v) roztworem kwasu solnego (3.2.) do kreski i

wymieszać.

5.2. Warunki analizy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej:

płomień: podtlenek azotu/acetylen

długość fali: 360,1 nm

korekcja tła: nie stosuje się

własności płomienia: bogaty, dla uzyskania maksymalnej absorbancji konieczna będzie optymalizacja wysokości palnika i warunków spalania.

5.3. Kalibrowanie

5.3.1. Przenieść pipetą po 5,00, 10,00, 15,00, 20,00 i 25,00 ml bazowego roztworu mianowanego cyrkonu (3.3.) do serii 50 ml kolb miarowych. Do wszystkich kolb miarowych dodać pipetą po 5,00 ml odczynnika chlorku glinu (3.4.) i 5,00 ml odczynnika chlorku amonu (3.5.). Uzupełnić objętość 10% (w) roztworem kwasu solnego (3.2.) do kreski i wymieszać. Te roztwory zawierają odpowiednio po 100, 200, 300, 400 i 500 mg cyrkonu w mililitrze. Podobnie przygotować roztwór ślepej próby nie zawierający roztworu mianowanego cyrkonu.

5.3.2. Zmierzyć absorbancję roztworu ślepej próby (5.3.1.) i stosować uzyskaną wartość jako odpowiadającą zerowemu stężeniu cyrkonu dla krzywej odwzorowania. Zmierzyć absorbancję wszystkich mianowanych roztworów cyrkonu do kalibrowania (5.3.1.). Wykreślić krzywą odwzorowania odpowiadającą stosunkom wartości absorbancji do stężenia cyrkonu.

5.4. Oznaczanie

Zmierzyć absorbancję roztworu próbki (5.1.4.). Z krzywej odwzorowania odczytać stężenie cyrkonu odpowiadające wartości absorbancji otrzymanej dla roztworu próbki.

6. Obliczenie

Obliczyć zawartość cyrkonu w próbce w procentach masowych stosując wzór:

$$\% \text{ (m/m) cyrkonu} = \frac{c}{40 \times m}$$

w którym:

m = masa w gramach próbki pobranej do analizy (5.1.1.),

c = stężenie cyrkonu w roztworze próbki (5.1.4.) w mikrogramach na milimetr, otrzymane z kalibrowania.

7. *Powtarzalność*⁹

Dla zawartości cyrkonu 3,0% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,10% (m/m).

8. *Uwaga*

Zastosowanie metody plazmy sprzężonej indukcyjnie - emisyjnej spektrometrii atomowej jest dozwolone jako metody alternatywnej w stosunku do płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

C. Oznaczanie glinu

1. *Cel i zakres stosowania*

Celem metody jest oznaczanie glinu znajdującego się w kompleksach glinowo-cyrkonowo-chlorkowo-wodorotlenowych do maksymalnego stężenia 12% (m/m) glinu w nieaerozolowych środkach przeciwpotowych.

2. *Zasada*

Glin ekstrahuje się z produktu w środowisku kwaśnym i oznacza metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Kwas solny, stężony, $d_{20} = 1,18$ g/ml

3.2. Kwas solny, 1% (v/v): do 50 ml wody w zlewce dodać 10 ml stężonego kwasu solnego (3.1.), dokładnie wymieszać. Przenieść roztwór do jednolitrowej kolby miarowej i uzupełnić objętość wodą do kreski.

3.3. Bazowy mianowany roztwór glinu zawierający 1000 mg/ml w 0,5 M roztworze kwasu azotowego (V) („SpectrosoL” lub równoważny).

3.4. Odczynnik chlorku potasu: rozpuścić 10,0 g chlorku potasu w 250 ml 1% (v/v) roztworu kwasu solnego (3.2.).

4. *Aparatura*

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny.

4.2. Spektrometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania glinu.

5. *Procedura*

5.1. Przygotowanie próbki.

Do oznaczania zawartości glinu używa się roztworu przygotowanego w B.5.1.3.

5.1.1. Przenieść pipetą 5,00 ml roztworu próbki (B.5.1.3.) i 10,00 ml odczynnika

chlorku potasu (3.4) do 100 ml kolby miarowej. Uzupełnić objętość 1% (v/v) roztworem kwasu solnego (3.2.) do kreski i wymieszać.

5.2. Warunki analizy metodą absorbcyjnej spektrometrii atomowej:

płomień: podtlenek azotu/ acetylen

długość fali: 309,3

korekcja tła: nie stosuje się

własności płomienia: bogaty, dla uzyskania maksymalnej absorpcji konieczna jest optymalizacja wysokości palnika i warunków spalania.

5.3. Kalibrowanie

5.3.1. Przenieść pipetą po 1,00, 2,00, 3,00, 4,00 i 5,00 ml bazowego mianowanego roztworu glinu (3.3.) do serii 100 ml kolb miarowych. Do wszystkich kolb miarowych przenieść pipetą po 1,00 ml odczynnika chlorku potasu (3.4.) i uzupełnić objętość 1%(v/v) roztworem kwasu solnego (3.2.) i wymieszać. Te roztwory zawierają po 10, 20, 30, 40 i 50 mg glinu w mililitrze.

Podobnie przygotować roztwór ślepej próby nie zawierający roztworu mianowanego glinu.

5.3.2. Zmierzyć absorbancję roztworu ślepej próby (5.3.1.) i stosować uzyskaną wartość jako odpowiadającą zerowemu stężeniu glinu dla krzywej odwzorowania. Zmierzyć absorbancję wszystkich mianowanych roztworów glinu do kalibrowania. Wykreślić krzywą odwzorowania odpowiadającą stosunkom wartości absorbancji do zawartości glinu.

5.4. Oznaczenie

Zmierzyć absorbancję roztworu próbki (5.1.1.) Z krzywej odwzorowania odczytać stężenie glinu odpowiadające wartości absorbancji otrzymanej dla roztworu próbki.

6. Obliczenie

Obliczyć zawartość glinu w próbce w procentach masowych stosując wzór

$$\% \text{ (m/m) glinu} = \frac{c}{5 \times m}$$

w którym:

m = masa w gramach próbki pobranej do analizy (B.5.1.1.),

c = stężenie glinu w roztworze próbki (5.1.1.) w mikrogramach na mililitr,
otrzymane z krzywej odwzorowania.

7. Powtarzalność⁹

Dla zawartości glinu 3,5% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,10% (m/m).

8. *Uwaga*

Zastosowanie metody plazmy sprzężonej indukcyjnie - emisyjnej spektrometrii atomowej jest dozwolone jako metody alternatywnej w stosunku do płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

D. Oznaczanie chloru

1. *Cel i zakres stosowania*

Celem metody jest oznaczanie chloru obecnego w postaci jonu chlorkowego w kompleksie glinowo-cyrkonowo-wodorotlenowym w nieaerozolowych środkach przeciwopotowych.

2. *Zasada*

Jon chlorkowy w produkcie oznacza się przez miareczkowanie potencjometryczne mianowanym roztworem azotanu (V) srebra.

3. *Odczynniki*

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

3.1. Kwas azotowy (V) stężony, $d_{20} = 1,42$ g/ml

3.2. Kwas azotowy (V), 5% (v/v) roztwór: do 250 ml wody w zlewce dodać 25 ml stężonego kwasu azotowego (V) (3.1.), starannie wymieszać. Przenieść ten roztwór do 500 ml kolby miarowej, uzupełnić wodą do kreski.

3.3. Aceton

3.4. Azotan (V) srebra. 0,1 M roztwór mianowany („AnalaR” lub równoważny)

4. *Aparatura*

4.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny

4.2. Mieszadło magnetyczne z ogrzewaniem

4.3. Elektroda srebrna

4.4. Kalomelowa elektroda odniesienia

4.5. Miernik pH/miliwolt odpowiedni do miareczkowania potencjometrycznego

5. *Procedura*

5.1. Przygotowanie próbki

5.1.1. W 250 ml zlewce odważyć dokładnie około 1,0 g (m gramów) jednorodnej próbki produktu. Dodać 80 ml wody i 20 ml 5% (v/v) roztworu kwasu azotowego (V) (3.2.).

5.1.2. Umieścić zlewkę na ogrzewanym mieszadle magnetycznym (4.2.). Rozpocząć mieszanie i ogrzewać do wrzenia. Umieścić szkiełko zegarkowe na wierzchu zlewki, aby zapobiec szybkiemu wysychaniu. Ogrzewać do wrzenia w ciągu pięciu minut, zdjąć zlewkę z ogrzewacza i schłodzić do temperatury pokojowej.

5.1.3. Dodać 10 ml acetonu (3.3.), zanurzyć elektrody (4.3. i 4.4.) poniżej powierzchni roztworu i rozpocząć mieszanie.

Miareczkować potencjometrycznie 0,1 M roztworem azotanu (V) srebra (3.4.) i wykreślić krzywą różniczkową do oznaczania punktu końcowego (V ml).

6. *Obliczenie*

Obliczyć zawartość chloru w próbce w procentach masowych stosując wzór:

$$\% \text{ (m/m) chloru} = \frac{0,3545 \times V}{m}$$

w którym

m = masa próbki pobranej do analizy (5.1.1.) w gramach,

V = objętość 0,1 M roztworu azotanu (V) srebra w mililitrach, zużyte do miareczkowania w punkcie końcowym (5.1.3.).

7. *Powtarzalność*⁹

Dla zawartości chloru 4% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,10% (m/m).

E. **Obliczenie stosunku atomów glinu do atomów cyrkonu oraz sumy atomów glinu i cyrkonu do atomów chloru**

1. *Obliczenie stosunku atomów glinu do atomów cyrkonu*

Obliczyć stosunek Al : Zr stosując wzór:

$$\text{stosunek Al : Zr} = \frac{\text{Al}\%(\text{m} / \text{m}) \times 91,22}{\text{Zr}\%(\text{m} / \text{m}) \times 26,98}$$

2. *Obliczenie stosunku sumy atomów glinu i cyrkonu do atomów chloru*

Obliczyć stosunek (Al + Zr) : Cl stosując wzór:

$$\text{stosunek (Al + Zr): Cl} = \frac{\frac{\text{Al}\%(\text{m} / \text{m})}{26,98} + \frac{\text{Zr}\%(\text{m} / \text{m})}{91,22}}{\frac{\text{Cl}\%(\text{m} / \text{m})}{35,45}}$$

IDENTYFIKOWANIE I OZNACZAMIE HEKSAMIDYNY, DIBROMOHEKSAMIDYNY, DIBROMOPROPAMIDYNY I CHLOROHEKSYDYNY

1. Cel i zakres stosowania

Celem metody jest jakościowe i ilościowe oznaczanie:

- heksamidyny i jej soli, łącznie z izetionianem i 4-hydroksybenzoesanem,
- dibromoheksamidyny i jej soli, łącznie z izetionianem,
- dibromopropamidyny i jej soli, łącznie z izetionianem,
- dioctanu, diglukonianu i chlorowodoru chloroheksydydy w produktach kosmetycznych.

2. Definicja

Stężenia heksamidyny, dibromoheksamidyny, dibromopropamidyny i chloroheksydydy oznaczone tą metodą są wyrażone jako procent masowy (% m/m).

3. Zasada

Identyfikowanie i oznaczanie wykonuje się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) na fazie odwróconej, jonów dwubiegowych z następną detekcją spektrometryczną w zakresie nadfioletu. Heksamidynę, dibromoheksamidynę, dibromopropamidynę i chloroheksydydę identyfikuje się na podstawie ich czasów retencji po rozdziale na kolumnie chromatograficznej.

4. Odczynniki

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej.

4.1. Metanol

4.2. Monohydrat heptano-1-sulfonianu sodu

4.3. Kwas octowy lodowaty, $d_{20} = 1,05$ g/ml

4.3 Chlorek sodowy

4.4. Fazy ruchome

4.5.1. Rozpuszczalnik 1: 0,005 M roztwór monohydratu i heptano-1-sulfonianu sodu (4.2.) w metanolu nastawiony na pH 3,5 kwasem octowym lodowatym (4.3.).

4.5.2. Rozpuszczalnik II: 0,005 M roztwór monohydratu heptano-1-sulfonianu sodu (4.2.) w wodzie nastawiony na pH 3,5 kwasem octowym lodowatym (4.3.).

Uwaga: Jeśli konieczne jest poprawienie kształtu pików można zmodyfikować fazy ruchome i przygotować je następująco:

- rozpuszczalnik I: rozpuścić 5,84 g chlorku sodowego (4.4.) i 1,1013 g monohydratu i heptano-1-sulfonianu sodu (4.2.) w 100 ml wody, dodać

900 ml metanolu (4.1.) i nastawić na wyraźne pH 3,5 kwasem octowym lodowatym (4.3.).

- rozpuszczalnik II: rozpuścić 5,84 g chlorku sodowego (4.4.) i 1,1013 g monohydratu 1-heptanosulfonianu sodu (4.2.) w jednym litrze wody i nastawić na pH 3,5 kwasem octowym lodowatym (4.3.).

4.6. Diizetionan heksamidyny [$C_{20}H_{24}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$].

4.7. Diizetionian dibromoheksamidyny [$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$].

4.8. Diizetionian dibromopropamidyny [$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2O \cdot 2C_2H_6O_4S$].

4.9.1. Dioctan chloroheksydyny [$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$].

4.10. Roztwory odniesienia: przygotować 0,05% (m/v) roztwory wszystkich czterech środków konserwujących (4.6.-4.9) w rozpuszczalniku I (4.5.1.).

4.11. 3,4,4' - Trichlorokarbanilid (triclocarban).

4.12. 4,4, - Dichloro-3-(trifluorometylo) karbanilid (halocarban).

5. Aparatura

5.1. Zwyczajny sprzęt laboratoryjny.

5.2. Wysokosprawny chromatograf cieczowy z detektorem w zakresie promieniowania nadfioletowego o zmiennej długości fali.

5.3. Kolumna analityczna: stal kwasoodporna, długość 30 cm, średnica wewnętrzna 4 mm, z wypełnieniem, u-Bondapack Cg, 10 mm lub równoważnym.

5.4. Łaźnia ultradźwiękowa.

6. Identyfikowanie

6.1. Przygotowanie próbeki.

Odważyć około 0,5 g próbki w 10 ml kolbie miarowej i uzupełnić objętość do kreski rozpuszczalnikiem I (4.5.1.) Umieścić kolbę w łaźni ultradźwiękowej (5.4.) na 10 minut. Przesączyć lub odwirować roztwór. Zebrać przesącz lub ciecz znajdującą się na wierzchu do analizy chromatograficznej.

6.2. Chromatografia

6.2.1. Gradientowy przepływ fazy ruchomej

Czas, w min	Rozpuszczalnik I, w % v/v (4.5.1.)	Rozpuszczalnik H, w % v/v (4.5.2.)
0	50	50
15	65	35
30	65	35

- | | | |
|----|----|----|
| 45 | 50 | 50 |
|----|----|----|
- 6.2.2. Nastawić szybkość przepływu fazy ruchomej (6.2.1.) na 1,5 ml/min, a temperaturę kolumny na 35°C.
- 6.2.3. Nastawić długość fali detektora na 264 nm.
- 6.2.4. Wprowadzić strzykawką po 10 ml wszystkich roztworów odniesienia (4.10) i zarejestrować ich chromatogramy.
- 6.2.5. Wprowadzić strzykawką 10 ml roztworu próbki (6.1.) i zarejestrować jego chromatogram.
- 6.3. Zidentyfikować czy w próbce znajduje się heksamidyna, dibromoheksamidyna, dibromopropamidyna lub chloroheksydyna przez porównanie czasu retencji pików zarejestrowanych w ppkt. 6.2.5. z czasami retencji otrzymanymi dla roztworów odniesienia w ppkt. 6.2.4.

7. Oznaczanie

7.1. Oznaczanie

Przygotowanie roztworów odniesienia. Jako wewnętrzny standard zastosować jeden ze środków konserwujących (4.6.-4.9.) nieznajdujący się w próbce. Jeśli nie jest to możliwe, można użyć triclocarbanu (4.11.) lub halocarbanu (4.12.).

- 7.1.1. Bazowy 0,05% (m/v) roztwór środka konserwującego zidentyfikowanego w ppkt. 6.3. w rozpuszczalniku I.
- 7.1.2. Bazowy 0,05% (m/v) roztwór środka konserwującego wybranego jako wewnętrzny standard w rozpuszczalniku I.
- 7.1.3. Przygotować cztery mianowane roztwory dla wszystkich zidentyfikowanych środków konserwujących poprzez przeniesienie do serii 10 ml kolb miarowych objętości roztworów bazowych zidentyfikowanych środków konserwujących (7.1.1.) i odpowiednich objętości bazowego wewnętrznego roztworu mianowanego (7.1.2.) zgodnie z poniższą tabelą. Uzupełnić objętość we wszystkich kolbach rozpuszczalnikiem (4.5.1.) do kreski i wymieszać.

Mianowany roztwór	Bazowy wewnętrzny roztwór mianowany	Bazowy roztwór zidentyfikowanego środka konserwującego	
	ilość dodanych ml (7.1.2.)	ilość dodanych ml (7.1.1.)	ml/ml*
I	1,0	0,5	25
II	1,0	1,0	50

III	1,0	1,5	75
IV	1,0	2,0	100

* Wartości te podano jako wskazówkę i odpowiadają one stężeniom zidentyfikowanych środków konserwujących w roztworach mianowanych przygotowanych z użyciem roztworu bazowego, który zawiera dokładnie 0,05% zidentyfikowanego środka konserwującego.

7.2. Przygotowanie próbki

7.2.1 W 10 ml kolbie miarowej odważyć dokładnie około 0,5 g (g gramów) próbki, dodać 1,0 ml wewnętrznego roztworu mianowanego (7.1.2.) i 6 ml rozpuszczalnika (4.5.1.) i wymieszać.

7.2.2. Umieścić kolbę w łaźni naddźwiękowej (5.4.) na 10 minut. Schłodzić. Uzupełnić objętość rozpuszczalnikiem I do kreski i wymieszać. Odwirować lub przesączyć przez karbowany sącze z bibuły filtracyjnej. Zebrać ciecz znajdującą się na wierzchu lub przesączyć, zależnie od stosowanego sposobu analizy chromatograficznej.

7.3. Chromatografia

7.3.1. Nastawić gradient fazy ruchomej, szybkość przepływu fazy ruchomej, temperaturę kolumny i długość fali w detektorze UV w aparaturze HPLC (5.2.) na warunki takie, jakie są wymagane na etapie identyfikowania (6.2.1 do 6.2.3.).

7.3.2. Wprowadzić strzykawką 10 ml roztworu próbki (7.2.2.) i zmierzyć powierzchnię pików. Powtórzyć ten proces z dalszymi 10 ml porcjami roztworu próbki aż do uzyskania zgodnych wyników. Obliczyć stosunek powierzchni pików odpowiadającego analizowanemu związkowi do powierzchni pików odpowiadającego wewnętrznemu standardowi.

7.4. Kalibrowanie

7.4.1. Wprowadzić strzykawką po 10 ml roztworów mianowanych (7.1.3.) i zmierzyć powierzchnię pików.

7.4.2. Dla każdego roztworu mianowanego (7.1.3.) obliczyć stosunek powierzchni pików heksamidyny, dibromoheksamidyny, dibromopropanidyny lub chloroheksydy do powierzchni pików wewnętrznego standardu. Wykreślić krzywą odwzorowania oznaczając te stosunki na osi rzędnych i odpowiednie stężenia zidentyfikowanych środków konserwujących w roztworach mianowanych, w mikrogramach na mililitr, na osi odciętych.

7.4.3. Z krzywej odwzorowania (7.4.2.) odczytać stężenie zidentyfikowanego środka konserwującego odpowiadające stosunkowi powierzchni piku obliczonemu w ppkt. 7.3.2.

8. *Obliczenie*

8.1. Obliczyć zawartość heksamidyny, dibromoheksamidyny, dibromopropamidyny lub chlorheksydydny w próbce w procentach masowych, stosując wzór:

$$\%(m/m) = \frac{c}{1000 \times p} \times \frac{MW_1}{MW_2}$$

w którym:

p = masa próbki pobranej do analizy, w gramach (7.2.1.),

c = stężenie środka konserwującego w roztworze próbki, w mikrogramach na mililitr, otrzymane z krzywej odwzorowania,

MW_1 = ciężar cząsteczkowy podstawowej formy obecnego środka konserwującego, MW_2 = ciężar cząsteczkowy odpowiedniej soli (patrz pkt 10).

9. *Powtarzalność*⁹

Dla stężenia heksamidyny, dibromoheksamidyny, dibromopropamidyny lub chlorheksydydny 0,1% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,005%.

10. *Tablica ciężarów cząsteczkowych*

Hexamidine	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Hexamidine diisethionate	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	606,72
Hexamidme di-p-hydroxybenzoate	$C_{20}H_{26}N_4O_2 \cdot 2C_7H_6O_3$	630,71
Dibromohexamidine	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Dibromohexamidine diisethionate	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	764,51
Dibromopropamidme	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2$	470,18
Dibromopropanudme diisethionate	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_4S$	722,43
Chlorhexidine	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$	505,45
Chlorhexidine diacetate	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$	625,56
Chlorhexidme digluconate	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_6H_{12}O_7$	897,76
Chlorhexidine dihydrochloride	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$	578,37

**IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE KWASU BENZOESOWEGO, KWASU
4-HYDROKSYBENZOESOWEGO, KWASU SORBINOWEGO, KWASU
SALICYLOWEGO I KWASU PROPIONOWEGO W PRODUKTACH
KOSMETYCZNYCH**

1. Cel i zakres zastosowania

Metoda jest stosowana do identyfikowania i oznaczania kwasu benzoowego, kwasu 4-hydroksybenzoowego, kwasu sorbinowego, kwasu salicylowego i kwasu propionowego w produktach kosmetycznych. Oddzielne procedury dotyczą identyfikowania tych środków konserwujących; a w części B - podano procedury oznaczania kwasu propionowego i oznaczanie kwasu 4-hydroksybenzoowego, kwasu salicylowego, kwasu sorbowego i kwasu benzoowego.

2. Definicja

Ilości kwasu benzoowego, kwasu 4-hydroksybenzoowego, kwasu salicylowego, kwasu sorbinowego i kwasu propionowego oznaczone tą metodą są wyrażone w procentach masowych wolnych kwasów.

A. IDENTYFIKOWANIE

1. Zasada

Ekstrakt otrzymany przez kwasowo/zasadową ekstrakcję środków konserwujących analizuje się metodą chromatografii cienkowarstwowej (TLC) w ciągu jednego dnia po otrzymaniu pochodnej. Zależnie od wyników, identyfikacja zostaje potwierdzona metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) lub w przypadku kwasu propionowego metodą chromatografii gazowej (GC).

2. Odczynniki

2.1. Zasada ogólna

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej. Używana woda musi być wodą destylowaną, lub wodą, co najmniej równoważnej czystości

2.2. Aceton

2.3. Eter dietylowy

2.4. Acetonitryl

2.5. Toluen

2.6. n-Heksan

2.7. Ciekła parafina

2.8. Kwas solny, 4 M roztwór

- 2.9. Wodorotlenek potasu, 4M roztwór wodny
- 2.10. 2-hydrat chlorku wapnia, $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- 2.11. Węglan litu, Li_2CO_3
- 2.12. 2-acetylo-7-bromonaftalen
- 2.13. Kwas 4-hydroksybenzoesowy
- 2.14. Kwas salicylowy
- 2.15. Kwas benzoesowy
- 2.16. Kwas sorbinowy
- 2.17. Kwas propionowy
- 2.18. Roztwory odniesienia
Przygotować 0,1% (m/v) roztwory (100 mg/100 ml) wszystkich pięciu środków konserwujących (2.13. do 2.17.) w eterze dietylowym
- 2.19. Odczynnik do otrzymywania pochodnych
0,5% (m/v) roztwór 2-acetylo-7-bromonaftalenu (2.12.) w acetonitrylu (2.4.) (50 mg/10 ml). Roztwór ten powinien być przygotowywany co tydzień i przechowywany w lodówce
- 2.20. Roztwór katalizatora
0,3% (m/v) roztwór węglanu litu (2.11.) w wodzie (300 mg/100 ml). Roztwór powinien być świeżo przygotowany
- 2.21. Rozpuszczalnik rozwijający
Toluen (2.5.)/ aceton (2.2.) (20:0,5, v/v)
- 2.22. Ciekła parafina (2.7.)/ n-heksan (2.6) (1:2, v/v)
- 3. **Aparatura**
Zwykły sprzęt laboratoryjny
- 3.1. Łaźnia wodna, z możliwością utrzymania temperatury 60°C
- 3.2. Komora do rozwijania chromatogramu
- 3.3. Źródło światła ultrafioletowego, 254 i 366 nm
- 3.4. Płytki cienkowarstwowe, Kieselgel 60, bez wskaźnika fluorescencji, 20 x 20 cm, grubość warstwy 0,25 mm ze strefą nanoszenia 2,5 x 20 cm (Merck 11845 lub równoważne)
- 3.5. Mikrostrzykawka, 10 µl
- 3.6. Mikrostrzykawka, 25 µl
- 3.7. Suszarka z możliwością utrzymania temperatury do 105°C
- 3.8. 50 ml szklane rurki z gwintowanym korkiem

- 3.9. Bibuła filtracyjna, średnica 90 mm (Schleicher & Schuli, Weissband nr 5892 lub równoważna)
- 3.10. Uniwersalny papierek wskaźnikowy pH = 1-11
- 3.11. 5 ml szklane fiołki na próbki
- 3.12. Rotacyjna wyparka cienkowarstwowa (Rotavapor lub równoważna)
- 3.13. Ogrzewana płytka

4. **Procedura**

4.1. Przygotowanie próbki

W 50 ml szklanej rurce z gwintowanym korkiem (3.8) odważyć około 1 g próbki. Dodać cztery krople 4 M kwasu solnego (2.8.) i 40 ml acetonu (2.2.). Dla silnie alkalicznych wyrobów, takich jak mydło toaletowe, należy dodać 20 kropli 4 M kwasu solnego. Papierkiem wskaźnikowym (3.10.) sprawdzić czy pH wynosi około 2. Zamknąć rurkę i wytrząsać energicznie w ciągu jednej minuty.

Jeśli konieczne jest ułatwienie ekstrakcji środka konserwującego do fazy acetonowej, należy ogrzewać łagodnie mieszaninę do około 60°C do stopienia fazy ciekłej.

Schłodzić roztwór do temperatury pokojowej i przesączyć przez bibułę filtracyjną (3.9.) do kolby stożkowej. Przenieść 20 ml przesączu do 200 ml kolby stożkowej, dodać 20 ml wody i wymieszać. Dostosować odczyn mieszaniny do pH około 10 wodorotlenkiem potasu 4 M (2.9.), używając papierka wskaźnikowego (3.10.) do oznaczenia pH.

Dodać 1 g chlorku wapnia (2.10.) i energicznie wytrząsnąć. Przesączyć przez bibułę filtracyjną (3.9.) do 250 ml lejka rozdzielającego zawierającego 75 ml eteru dietylowego (2.3.) i wytrząsać energicznie w ciągu jednej minuty. Pozostawić do rozdzielenia i przenieść warstwę wodną do 250 ml kolby stożkowej. Odrzucić warstwę eterową. Używając papierka wskaźnikowego (3.10.), doprowadzić odczyn do pH około 2 kwasem solnym 4 M (2.8.). Dodać 10 ml eteru dietylowego (2.3.), zamknąć kolbę i wytrząsać energicznie w ciągu jednej minuty, pozostawić do rozdzielenia i przenieść warstwę eterową do rotacyjnej wyparki filmowej (3.12.). Odrzucić warstwę wodną.

Odparować warstwę eterową prawie do sucha i ponownie rozpuścić pozostałość w 1 ml eteru dietylowego (2.3.). Przenieść roztwór do fiołki na próbkę (3.11.).

4.2. Chromatografia cienkowarstwowa

Dla wszystkich roztworów odniesienia i próbek analizowanych chromatograficznie nanieść strzykawką (3.5.) po około 3 μ l węglanu litu (2.20.) w równych odległościach

na linii początkowej w strefie nanoszenia płytki do chromatografii cienkowarstwowej (3.4.) i wysuszyć w strumieniu zimnego powietrza.

Umieścić płytkę cienkowarstwową na ogrzewanej płytce (3.13.) podgrzanej do 40°C dla otrzymania możliwie najmniejszych plam. Nanieść mikrostrzykawką (3.5.) po 1 µl wszystkich roztworów odniesienia (2.18.) i roztworu próbki (4.10.) na linii początkowej płytki, dokładnie w miejscach plam, w których naniesiono roztwór węglanu litu.

Nanieść ponownie po około 15 ul odczynnika do otrzymywania pochodnych (2.19.) (roztworu 2-acetylo-7-bromonaftalenu), dokładnie w miejscach plam, w których naniesione były roztwory odniesienia i próbki oraz roztwór węglanu litu.

Ogrzewać płytkę do chromatografii cienkowarstwowej w suszarce (3.7.) w 80°C w ciągu 45 minut. Po schłodzeniu rozwijać płytkę w komorze (3.2.), którą doprowadzono do stanu równowagi w ciągu 15 minut (bez wyłożenia wnętrza bibułą filtracyjną), używając rozpuszczalnika rozwijającego 2.21 (toluen/acetone), aż do osiągnięcia przez czoło rozpuszczalnika odległości 15 cm (może trwać około 80 minut).

Wysuszyć płytkę w strumieniu zimnego powietrza i oceniać otrzymane plamy w świetle UV (3.3.). Dla wzmocnienia fluorescencji słabo widocznych plam można zamoczyć płytkę do chromatografii cienkowarstwowej w mieszaninie ciekła parafina/n-heksan (2.22.).

5. Identyfikacja

Obliczyć współczynnik R_f dla wszystkich plam. Porównać wartość R_f i zachowanie próbki pod wpływem promieniowania UV z wartościami otrzymanymi dla roztworów odniesienia. Sformułować wstępny wniosek o obecności i zidentyfikowaniu środka konserwującego znajdującego się w próbce. Przeprowadzić analizę metodą HPLC opisaną w części B lub, jeśli podejrzewana jest obecność kwasu propionowego w próbce, analizę metodą GC opisaną w części C. Porównać czasy retencji z czasami otrzymanymi dla roztworów odniesienia.

Podsumować wyniki otrzymane metodami TLC i HPLC lub GC oraz potwierdzić ostateczną identyfikację środków konserwujących znajdujących się w próbce na podstawie otrzymanych wyników.

B. OZNACZANIE KWASU BENZOESOWEGO, KWASU 4-HYDROKSYBENZOESOWEGO, KWASU SORBINOWEGO I KWASU SALICYLOWEGO

1. Zasada

Próbkę po zakwaszeniu ekstrahuje się mieszaniną alkoholu etylowego i wody. Po przesączeniu środki konserwujące oznacza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

2. Odczynniki

- 2.1. Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej i jeśli potrzeba - odpowiednie do HPLC. Używana woda musi być wodą destylowaną lub co najmniej równoważnej czystości
- 2.2. Alkohol etylowy, absolutny
- 2.3. Kwas 4-hydroksybenzoesowy
- 2.4. Kwas salicylowy
- 2.5. Kwas benzoesowy
- 2.6. Kwas sorbinowy
- 2.7. Octan sodu ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$)
- 2.8. Kwas octowy, (α)²⁰₄ = 1,05 g/ml
- 2.9. Acetonitryl
- 2.10. Kwas siarkowy (VI), 2 M
- 2.11. Wodorotlenek potasu, 0,2 M roztwór wodny
- 2.12. Kwas 2-metoksybenzoesowy
- 2.13. Mieszanina alkohol etylowy/woda
Zmieszać dziewięć objętości alkoholu etylowego (2.2.) i jedną objętość wody (2.1.)
- 2.14. Roztwór wewnętrznego standardu
Przygotować roztwór zawierający w przybliżeniu 1 g kwasu 2-metoksybenzoesowego (2.12.) w 500 ml mieszaniny alkohol etylowy/woda (2.13.)
- 2.15. Faza ruchoma do HPLC
 - 2.15.1. Bufor octanowy: do 1,0 l wody dodać 6,35 g octanu sodu (2.7.) i 20,0 ml kwasu octowego (2.8) i wymieszać
 - 2.15.2. Przygotować fazę ruchomą przez zmieszanie dziewięciu objętości buforu octanowego (2.15.1.) i jednej objętości acetonitrylu
- 2.16. Bazowy roztwór środków konserwujących
Odważyć dokładnie około 0,05 g kwasu 4-hydroksybenzoesowego (2.3.), 0,2 g

kwasu salicylowego (2.4.), 0,2 g kwasu benzoesowego (2.5.) i 0,05 g kwasu sorbinowego (2.6.) w 50 ml kolbie miarowej i uzupełnić objętość do kreski mieszaniną alkohol etylowy/woda (2.13.). Przechowywać przyrządzony roztwór w lodówce. Roztwór jest trwały w ciągu jednego tygodnia

2.17. Mianowane roztwory środków konserwujących

Do serii 20 ml kolb miarowych przenieść odpowiednio po: 8,00; 4,00; 2,00; 1,00 i 0,50 ml bazowego roztworu środków konserwujących (2.16.). Do wszystkich kolb dodać po 10,00 ml roztworu wewnętrznego standardu (2.14.) i 0,5 ml 2 M kwasu siarkowego (VI) (2.10.). Uzupełnić objętość do kreski mieszaniną alkohol etylowy/woda (2.13.). Roztwory te muszą być świeżo przygotowane

3. **Aparatura**

Zwykły sprzęt laboratoryjny

3.1. Łaźnia wodna nastawiona na 60°C

3.2. Wysokosprawny chromatograf cieczowy z detektorem o zmiennej długości fali UV i pętlą 10 µl dla wprowadzenia próbki

3.3. Kolumna analityczna

Stal kwasoodporna, długość 12,5 do 25,0 cm, średnica wewnętrzna 4,6 mm, z wypełnieniem Nucleosil 5C18 lub równoważnym

3.4. Bibuła filtracyjna, średnica 90 mm, Schleicher i Schuli, Weissband nr 5892 lub równoważna

3.5. 50 ml rurki szklane z gwintowanym korkiem

3.6. 5 ml szklane fiołki na próbki

3.7. Kamyczki wrzenne, o wymiarach 2 do 4 mm z karborundu (węgliku krzemu) lub równoważne.

4. **Procedura**

4.1. Przygotowanie próbki

4.1.1. Przygotowanie próbki bez dodawania wewnętrznego standardu

Odważyć 1 g próbki w 50 ml szklanej rurce z gwintowanym korkiem (3.5). Dodać pipetą do rurki 1,00 ml 2 M kwasu siarkowego (VI) (2.10.) i 40 ml mieszaniny alkohol etylowy/woda (2.13.). Dodać około 1 g kamyczków wrzennych (3.7.), zamknąć rurkę i wytrząsać energicznie w ciągu co najmniej jednej minuty aż do otrzymania zawiesiny jednorodnej. Dla ułatwienia ekstrakcji środków konserwujących do fazy etanolowej, należy umieścić rurkę w łaźni wodnej (3.1.) utrzymywanej w 60°C na okres dokładnie pięciu minut. Natychmiast schłodzić rurkę

w strumieniu zimnej wody i przechować ekstrakt w 5°C w ciągu jednej godziny. Przesączyć ekstrakt przez bibułę filtracyjną (3.4.). Przenieść około 2 ml ekstraktu do fiolki na próbkę (3.6.). Przechowywać ekstrakt w 5°C i wykonać oznaczenie metodą HPLC w ciągu 24 godzin od przygotowania.

4.1.2. Przygotowanie próbki z dodawaniem wewnętrznego standardu

Odważyć z dokładnością do trzeciego miejsca $1 \pm 0,1$ g (a gramów) próbki w 50 ml rurce szklanej z gwintowanym korkiem (3.5.). Dodać pipetą 1,00 ml 2 M kwasu siarkowego (VI) (2.10.) i 30 ml mieszaniny alkohol etylowy/woda (2.13.). Dodać około 1 g kamyczków wrzennych do ogrzewania do wrzenia (3.7.) i 10,00 ml roztworu standardu wewnętrznego (2.14.). Zamknąć rurkę i wytrząsać energicznie w ciągu co najmniej jednej minuty do otrzymania zawiesiny jednorodnej. Dla ułatwienia ekstrakcji środków konserwujących do fazy etanolowej, należy umieścić rurkę w łaźni wodnej (3.1.) utrzymywanej w 60°C na okres dokładnie pięciu minut. Schłodzić natychmiast rurkę w strumieniu zimnej wody i przechowywać ekstrakt w 5°C w ciągu jednej godziny.

Przesączyć ekstrakt przez bibułę filtracyjną (3.4.). Przenieść około 2 ml przesączu do fiolki na próbkę (3.6.). Przechowywać przesącz w 5°C i wykonać oznaczenie metodą HPLC w ciągu 24 godzin od przygotowania.

4.2. Wysokosprawna chromatografia cieczowa

Faza ruchoma: acetonitryl/bufor octanowy (2.15.).

Nastawić szybkość przepływu fazy ruchomej przez kolumnę na $2,0 \pm 0,5$ ml/minutę. Ustawić długość fali w detektorze na 240 nm.

4.2.1. Kalibrowanie

Wprowadzić strzykawką 10 µl porcje kolejno wszystkich roztworów mianowanych środków konserwujących (2.17.) do chromatografu cieczowego (3.2.). Dla wszystkich roztworów oznaczyć stosunki wysokości pików analizowanych środków konserwujących do wysokości pików wewnętrznego standardu otrzymane z chromatogramów. Sporządzić dla wszystkich środków konserwujących wykres zależności stosunku wysokości pików od stężenia. Upewnić się, że podczas kalibrowania otrzymuje się liniową zależność dla mianowanych roztworów.

4.2.2. Oznaczanie

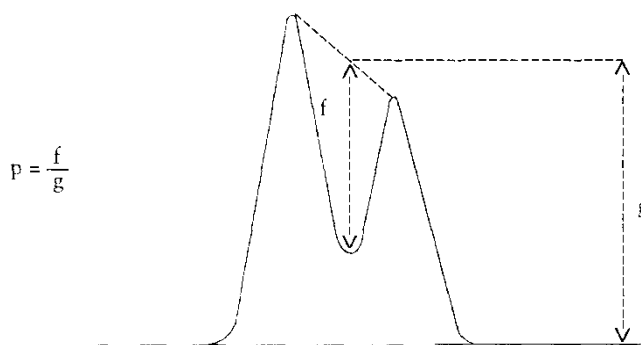
Do chromatografu cieczowego (3.2.) wprowadzić strzykawką 10 µl ekstraktu próbki (4.1.1.) i zarejestrować chromatogram. Porównać otrzymane chromatogramy. Jeśli na chromatogramie ekstraktu próbki (4.1.1.) nie występuje pik mający w

przybliżeniu ten sam czas retencji jak kwas 2-metoksy benzoesowy (polecany jako standard wewnętrzny), wprowadzić strzykawką 10 µl ekstraktu próbki z dodanym standardem wewnętrznym (4.1.2.) do chromatografu cieczowego i zarejestrować chromatogram.

Jeśli obserwuje się na chromatogramie ekstraktu próbki (4.1.1.) pik przeszkadzający o takim samym czasie retencji jak kwas 2-metoksybenzoesowy, należy wybrać inny odpowiedni standard wewnętrzny. (Jeśli jeden z badanych środków konserwujących nie występuje na chromatogramie, ten środek może być używany jako wewnętrzny standard).

Upewnić się czy chromatogramy otrzymane dla roztworu wewnętrznego standardu i roztworu próbki odpowiadają następującym wymaganiom:

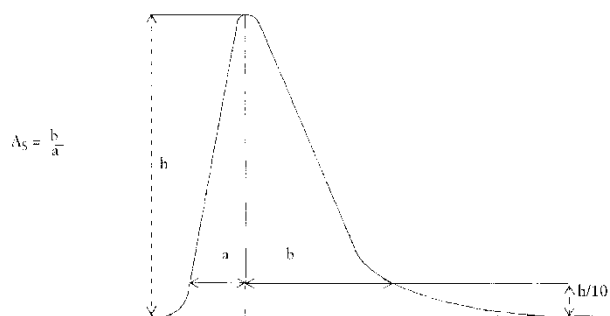
- rozdział pików w najgorszej rozdzielonej parze wynosi najmniej 0,90 (definicje rozdziału pików przedstawiono na rysunku 1).



Rysunek 1. **Rozdział pików**

Jeśli nie uzyskano wymaganego rozdziału pików, powinno się zastosować kolumnę o większej zdolności rozdzielczej lub poprawić skład fazy ruchomej aż do spełnienia wymagań.

- współczynnik asymetrii A_s wszystkich otrzymanych pików znajduje się w zakresie między 0,9 i 1,5 (definicję współczynników asymetrii piku przedstawiono na rysunku 2); do zarejestrowania chromatogramu w celu oznaczenia współczynnika asymetrii polecana jest szybkość przesuwu papieru w rejestratorze, co najmniej 2 cm/minutę.



Rysunek 2. Współczynnik asymetrii piku

– otrzymuje się stałą linię bazową.

5. Obliczenie

Do obliczenia stężenia kwasowych środków konserwujących w roztworze próbki, należy stosować stosunki wysokości pików badanych środków konserwujących do wysokości piku kwasu 2-metoksybenzoesowego (wewnętrzny standard) i wykres kalibracyjny.

Zawartość w próbce kwasu benzoowego, kwasu 4-hydroksybenzoesowego, kwasu sorbinowego lub kwasu salicylowego obliczyć w procentach masowych (x.), stosując wzór:

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

w którym:

a = masa w gramach próbki pobranej do analizy (4.1.2.),

b = stężenie środka konserwującego (µg/ml) w ekstrakcie próbki (4.1.2.) otrzymane z wykresu kalibracyjnego.

6. Powtarzalność¹⁶

Dla zawartości kwasu 4-hydroksybenzoesowego 0,40% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,035%.

Dla zawartości kwasu benzoowego 0,50% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,050%.

Dla zawartości kwasu salicylowego 0,50% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać

¹⁶ ISO 5725.

absolutnej wartości 0,045%.

Dla zawartości kwasu sorbinowego 0,60% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,035%.

7. **Uwagi**

- 7.1. Wyniki testu odchyień wykonane dla tej metody wykazały, że ilość kwasu siarkowego (VI) dodanego do ekstraktu kwasów z próbki jest krytyczna i ustalone ograniczone ilości próbki powinny być utrzymane w zalecanych granicach.
- 7.2. Jeśli potrzeba, można stosować odpowiednią kolumnę zabezpieczającą.

C. **OZNACZANIE KWASU PROPIONOWEGO**

1. **Cel i zakres**

Metoda jest odpowiednia do oznaczania kwasu propionowego o maksymalnym stężeniu 2% (m/m) w produktach kosmetycznych.

2. **Definicja**

Stężenie kwasu propionowego określone tą metodą jest wyrażone w procentach masowych (% m/m) wyrobu.

3. **Zasada**

Po ekstrakcji kwasu propionowego z wyrobu oznaczenie przeprowadza się metodą chromatografii gazowej z użyciem kwasu 2-metylopropionowego jako wewnętrznego standardu.

4. **Odczynniki**

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej; musi być używana woda destylowana lub woda o równoważnej jakości.

- 4.1. Alkohol etylowy 96% (v/v)
- 4.2. Kwas propionowy
- 4.3. Kwas 2-metylopropionowy
- 4.4. Kwas ortofosforowy (VI), 10% (m7v)
- 4.5. Roztwór kwasu propionowego

Odważyć dokładnie około 1,00 g (p gramów) kwasu propionowego w 50 ml kolbie miarowej i uzupełnić objętość alkoholem etylowym (4.1.)

4.6. Roztwór wewnętrznego standardu

Odważyć dokładnie około 1,00 (e gramów) kwasu 2-metylopropionowego w 50 ml kolbie miarowej i uzupełnić objętość alkoholem etylowym (4.1.).

5. **Aparatura**

- 5.1. Zwykły sprzęt laboratoryjny
- 5.2. Chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym
- 5.3. Szklana rurka (20x150 mm) z korkiem gwintowanym
- 5.4. Łaźnia wodna o temperaturze 60°C
- 5.5. 10 ml szklana strzykawka z membraną filtracyjną o średnicy porów 0.45 μ m

6. Procedura

6.1. Przygotowanie próbki

6.1.1. Przygotowanie próbki bez wewnętrznego standardu

W szklanej rurce (5.3.) odważyć około 1 g próbki. Dodać 0,5 ml kwasu fosforowego (V) (4.4.) i 9,5 ml alkoholu etylowego (4.1.).

Zamknąć rurkę i energicznie wytrząsnąć. Jeśli to konieczne, umieścić rurkę w łaźni wodnej ogrzewanej do 60°C (5.4.) na okres pięciu minut w celu całkowitego rozpuszczenia fazy lipidowej. Schłodzić szybko pod strumieniem bieżącej wody. Przesączyć część roztworu przez filtr membranowy (5.5.). Zanalizować chromatograficznie przesącz w ciągu tego samego dnia.

6.1.2. Przygotowanie próbki z wewnętrznym standardem

Odważyć z dokładnością do trzeciego miejsca $1 \pm 0,1$ g (a gramów) próbki do szklanej rurki (5.3.). Dodać 0,5 ml kwasu ortofosforowego (V) (4.4.), 0.50 ml roztworu wewnętrznego standardu (4.6.) i 9 ml alkoholu etylowego (4.1.).

Zamknąć rurkę i energicznie wytrząsnąć. Jeśli to konieczne, umieścić rurkę w łaźni wodnej ogrzewanej do 60°C (5.4.) na okres pięciu minut w celu rozpuszczenia fazy lipidowej. Schłodzić szybko pod strumieniem bieżącej wody. Przesączyć część roztworu przez filtr membranowy (5.5.). Zanalizować chromatograficznie przesącz tego samego dnia.

6.2. Warunki chromatografii gazowej

Poleca się następujące warunki operacyjne.

Kolumna:

typ	stal kwasoodporna
długość	2m
średnica	1/8"
wypełnienie	10% SPTM 1000 (lub równoważne) + 1% H ₃ PO ₄ na Chromosorbie WAW 100 do 120 mesh.

Temperatury:

dozownik	200°C
----------	-------

kolumna	120°C
detektor	200°C
Gaz nośny	azot
Szybkość przepływu	2,5 ml/min

6.3. Analiza chromatograficzna

6.3.1. Kalibrowanie

Przenieść pipetą odpowiednio: 0,25; 0,50; 1,00; 2,00 i 4,00 ml roztworu kwasu propionowego (4.5.) do serii 20 ml kolb miarowych. Do wszystkich kolb miarowych przenieść pipetą po 1,00 ml roztworu wewnętrznego standardu (4.6.), uzupełnić objętość alkoholem etylowym (4.1.) i wymieszać. Roztwory przygotowane w ten sposób zawierają e mg/ml kwasu 2-metylopropionowego jako wewnętrznego standardu, (co oznacza 1 mg/ml jeśli e=1000) i p/4; p/2; p; 2p; 4 p mg/ml kwasu propionowego (co oznacza: 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00 mg/ml jeśli p=1000).

Wprowadzić po 1 µl wszystkich tych roztworów i sporządzić krzywą odwzorowania przez wykreślenie stosunku mas kwas propionowy/kwas metylopropionowy na osi odciętych i stosunek odpowiednich powierzchni pików. na osi rzędnych. Trzykrotnie wprowadzić na kolumnę kolejno wszystkie roztwory i obliczyć średni stosunek pików.

6.3.2. Oznaczenie

Wprowadzić strzykawką 1 µl przesączyć próbki 6.1.1. Porównać chromatogram z chromatogramem jednego z roztworów mianowanych (6.3.1.). Jeśli pik ma w przybliżeniu ten sam czas retencji jak kwas 2-metylopropionowy, należy zmienić wewnętrzny standard. Jeśli nie obserwuje się żadnego nakładania się pików, wprowadzić 1 µl przesącza próbki 6.1.2. i zmierzyć powierzchnie pików kwasu propionowego i pików wewnętrznego standardu. Trzykrotnie wprowadzić na kolumnę kolejno wszystkie roztwory i obliczyć średni stosunek pików.

7. Obliczenia

7.1. Z krzywej kalibracyjnej otrzymanej w pkt. 6.3.1. wyznaczyć stosunek mas (K) odpowiadający stosunkowi powierzchni pików obliczonej w pkt. 6.3.2.

7.2. Z tak wyznaczonego stosunku mas obliczyć zawartość kwasu propionowego w próbce (x) jako procent masowy, stosując wzór:

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

w którym:

K = stosunek obliczony w pkt. 7.1.,

e = masa w gramach wewnętrznego standardu odważona w pkt. 4.6., a = masa w gramach próbki odważonej w pkt. 6.1.2. Zaokrąglić wyniki do jednego miejsca dziesiętnego.

8. **Powtarzalność**¹⁷

Dla zawartości kwasu propionowego 2% (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,12%.

**IDENTYFIKOWANIE I OZNACZENIE HYDROCHINONU, ETERU
MONOMETYLOWEGO HYDROCHINONU, ETERU MONOETYLOWEGO
HYDROCHINONU I ETERU MONOBENZYLOWEGO HYDROCHINONU W
PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH**

A. IDENTYFIKOWANIE

1. **Cel i zakres**

Metoda opisuje wykrywanie i identyfikowanie hydrochinonu, eteru monometylowego hydrochinonu, eteru monoetylowego hydrochinonu i eteru monobenzylowego hydrochinonu.

2. **Zasada**

Hydrochinon i jego etery identyfikuje się metodą chromatografii cienkowarstwowej (TLC).

3. **Odczynniki**

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej

3.1. Alkohol etylowy, 96% (v/v)

3.2. Chloroform

3.3. Eter dietylowy

3.4. Rozpuszczalnik rozwijający: chloroform/eter dietylowy 66:33 (v/v)

3.5. Amoniak, 25% (m/m), $d^{20}_4 = 0,91$ g/ml

3.6. Kwas askorbinowy

3.7. Hydrochinon

3.8. Monometylowy eter hydrochinonu

3.9. Monoetylowy eter hydrochinonu

¹⁷ ISO 5725.

3.10. Monobenzyłowy eter hydrochinonu

3.11. Roztwory odniesienia

Poniższe roztwory odniesienia powinny być świeżo przygotowane i są trwałe jeden dzień.

3.11.1. Odważyć 0,05 g hydrochinonu (3.7.) w 10 ml kalibrowanej probówce. Dodać 0,250 g kwasu askorbinowego (3.6.) i 5 ml alkoholu etylowego (3.1.). Dodawać amoniak (3.5.) do uzyskania pH 10 i uzupełnić objętość do 10 ml alkoholem etylowym (3.1.).

3.11.2. Odważyć 0,05 g eteru monometylowego hydrochinonu (3.9.) w 10 ml kalibrowanej probówce. Dodać 0,250 g kwasu askorbinowego (3.6.) i 5 ml alkoholu etylowego (3.1.). Dodawać amoniak (3.5.) do uzyskania pH 10 i uzupełnić objętość do 10 ml alkoholem etylowym (3.1.).

3.11.3. Odważyć 0,05 g eteru monoetylowego hydrochinonu (3.8.) w 10 ml kalibrowanej probówce. Dodać 0,250 g kwasu askorbinowego (3.6.) i 5 ml alkoholu etylowego (3.1.). Dodawać amoniak (3.5.) do uzyskania pH 10 i uzupełnić objętość do 10 ml alkoholem etylowym (3.1.).

3.11.4. Odważyć 0,05 g eteru monobenzyłowego hydrochinonu (3.10.) w 10 ml kalibrowanej probówce. Dodać 0,250 g kwasu askorbinowego (3.6.) i 5 ml alkoholu etylowego (3.1.). Dodawać amoniak (3.5.) do uzyskania pH 10 i uzupełnić objętość do 10 ml alkoholem etylowym (3.1.).

3.12. Azotan. (V) srebra

3.13. Kwas dodekamolibdenianofosforowy (V) ($12 \text{ MO}^- \text{H}^+ \text{PO}^-$)

3.14. 6'hydrat heksacyjanożelazianu (VI) potasu

3.15. 6'hydrat chlorku żelaza (III)

3.16. Odczynniki wywołujące

3.16.1. Do 5% (m/v) wodnego roztworu azotanu srebra (3.12.) dodawać amoniak (3.5.), aż powstający osad się rozpuści

Ostrzeżenie:

roztwór staje się nietrwały i grozi wybuchem przy przechowywaniu i powinien być odrzucony po użyciu.

3.16.2. 10% (m/v) roztwór kwasu dodekamolibdenianofosforowego (V) (3.13.) w alkoholu etylowym (3.1.).

3.16.3. Przygotować 1% (m/v) wodny roztwór heksacyjanożelazianu (III) potasu (3.14) i 2% (m/v) wodny roztwór chlorku żelaza (III) (3.15). Wymieszać równe części obu

roztworów bezpośrednio przed użyciem.

4. **Aparatura**

Zwykłe sprzęt laboratoryjny

- 4.1. Typowy sprzęt do chromatografii cienkowarstwowej (TLC)
- 4.2. Płytki TLC, przygotowane fabrycznie: żel krzemionkowy GHR/UV254; 20 x 20 cm (Machery, Nagel, lub równoważne). Grubość warstwy 0,25 mm
- 4.3. Łaźnia ultradźwiękowa
- 4.4. Wirówka
- 4.5. Lampa UV, długość fali 254 nm

5. **Procedura**

5.1. Przygotowanie próbek

Odważyć 3,0 g próbki w 10 ml kalibrowanej rurce. Dodać 0,250 g kwasu askorbinowego (3.6.) i 5 ml alkoholu etylowego (3.1.). Doprowadzić odczyn roztworu do pH 10 dodając amoniak (3.5.). Uzupełnić objętość do 10 ml alkoholem etylowym (3.1.). Zamknąć rurkę korkiem i homogenizować roztwór w łaźni ultradźwiękowej w ciągu 10 minut. Przesączyć przez bibułę filtracyjną lub odwirować przy 3000 obrotach/minutę.

5.2. TLC

- 5.2.1. Wysycić komorę chromatograficzną rozpuszczalnikiem rozwijającym (3.4.).
- 5.2.2. Nanieść na płytkę po 2 ul roztworów odniesienia (3.11.) i 2 ul roztworu próbki (5.1.). Chromatogram rozwijać w ciemności w temperaturze otoczenia aż do osiągnięcia przez czoło rozpuszczalnika wysokości 15 cm od linii początkowej.
- 5.2.3. Wyjąć płytkę i wysuszyć w temperaturze pokojowej.

5.3. Wykrywanie

- 5.3.1. Obserwować płytkę w świetle UV przy 254 nm i zaznaczyć położenie plam.
- 5.3.2. Spryskać płytkę:
 - odczynnikami azotanu (V) srebra (3.16.1.) lub
 - odczynnikami kwasu dodekamolibdenianofosforowego (V) (3.16.2.); ogrzewać do około 120°C lub
 - roztworem heksacyjanożelazianu (III) potasu i roztworu chlorku żelaza (III) (3.16.3.).

6. **Identyfikowanie**

Obliczyć wartość R_f dla wszystkich plam.

Porównać plamy otrzymane dla roztworu próbki z plamami otrzymanymi dla

roztworów odniesienia pod względem ich wartości R_f ; kolorów plam w świetle UV i kolorów plam po ich wywołaniu odczynnikami do spryskiwania. Wykonać analizę metodą HPLC opisaną w następnej części B i porównać czasy retencji otrzymane dla piku (pików) próbki z czasami dla pików roztworów odniesienia. Wykorzystać wyniki z analizy metodą TLC i HPLC w celu zidentyfikowania obecności hydrochinonu i/lub jego eterów.

7. **Uwagi**

W opisanych warunkach otrzymano następujące wartości R_f :

hydrochinon	0,32
eter monometylowy hydrochinonu	0,53
eter monoetylowy hydrochinonu	0,55
eter monobenzy Iowy hydrochinonu	0,58

B. **OZNACZANIE**

1. **Cel i zakres**

Przedstawiono szczegółowo procedurę oznaczania hydrochinonu, eteru monometylowego hydrochinonu, eteru monoetylowego hydrochinonu i eteru monobenzylowego hydrochinonu w produktach kosmetycznych do rozjaśniania skóry.

2. **Zasada**

Próbkę ekstrahuje się mieszaniną woda /metanol podczas łagodnego ogrzewania w celu stopienia wszystkich ciekłych materiałów. Oznaczanie analizowanych substancji w powstałym roztworze wykonuje się metodą chromatografii cieczowej z zastosowaniem fazy odwróconej z detekcją w zakresie promieniowania UV.

3. **Odczynniki**

- 3.1. Wszystkie odczynniki powinny być jakości analitycznej. Stosowana woda musi być wodą destylowaną lub wodą, o co najmniej równoważnej czystości.
- 3.2. Metanol
- 3.3. Hydrochinon
- 3.4. Eter monometylowy hydrochinonu
- 3.5. Eter monoetylowy hydrochinonu
- 3.6. Eter monobenzylowy hydrochinonu (monobenzon)
- 3.7. Tetrabydrofuran o jakości odpowiedniej dla HPLC
- 3.8. Mieszanina woda/metanol 1:1 (v/v). Zmieszać jedną objętość wody z jedną objętością metanolu (3.2.)

3.9. Faza ruchoma: mieszanina tetrahydrofuran/woda 45:55 (v/v). Zmieszać 45 objętości tetrahydrofuranu (3.7.) i 55 objętości wody

3.10. Roztwór odniesienia

Odważyć 0,06 g hydrochinonu (3.3.), 0,08 g eteru monometylowego hydrochinonu (3.4.), 0,10 g eteru monoetylowego hydrochinonu (3.5) i 0,12 g eteru monobenzylowego hydrochinonu (3.6.) w 50 ml kolbie miarowej. Rozpuścić i uzupełnić objętość metanolu (3.2.). Przygotować roztwór odniesienia przez rozcieńczenie 10,00 ml tego roztworu do 50 ml mieszaniną woda/metanol (3.8.). Roztwory te muszą być świeżo przygotowane.

4. **Aparatura**

Zwykły sprzęt laboratoryjny:

4.1. Łaźnia wodna, z możliwością utrzymania temperatury 60°C

4.2. Wysokosprawny chromatograf cieczowy z detektorem UV o zmiennej długości fali i 10 µl pętlą do wprowadzania próbki

4.3. Kolumna analityczna:

Kolumna ze stali kwasoodpornej, długość 250 mm, średnica wewnętrzna 4,6 mm z wypełnieniem fenylowym Zorbax (chemicznie związany fenyloetylosilan osadzony na nośniku Zorbax SIL, na końcu osłonięty trimetylochlorosilanem), rozmiar cząsteczek 6 µm, lub równoważnym. Nie należy używać kolumny zabezpieczającej (ochronnej), z wyjątkiem ochrony fenyłowej lub równoważnej

4.4. Krążki bibuły filtracyjnej o średnicy 90 mm (Schleicher i Schuli, Weissband nr 5892 lub równoważna)

5. **Procedura**

5.1. Przygotowanie próbki

Odważyć z dokładnością do trzeciego miejsca $1 \pm 0,1$ g (a gramów) próbki w 50 ml kolbie miarowej. Dyspergować próbkę w 25 ml mieszaniny woda / metanol (3.8.). Zamknąć kolbę i wytrząsać energicznie do uzyskania jednorodnej zawiesiny. Wytrząsać w ciągu, co najmniej jednej minuty. Umieścić kolbę w łaźni wodnej (4.1.) utrzymywanej w temperaturze 60°C w celu poprawienia ekstrakcji. Schłodzić kolbę i uzupełnić objętość mieszaniną woda/metanol(3.8.). Przesączyć ekstrakt używając krążków bibuły filtracyjnej (4.4.). Wykonać oznaczenie metodą HPLC w ciągu 24 godzin od przygotowania ekstraktu.

5.2. Wysokosprawna chromatografia cieczowa.

5.2.1. Uregulować szybkość przepływu fazy ruchomej (3.9.) na 1,0 ml/min i nastawić

długość fali detektora na 295 nm.

5.2.2. Wprowadzić strzykawką 10 µl roztworu próbki otrzymanego jak opisano w ppkt. 5.1. i zarejestrować chromatogram. Zmierzyć powierzchnie pików. Przeprowadzić kalibrowanie według opisu w ppkt. 5.2.3. Porównać chromatogramy otrzymane dla roztworów próbki i roztworu mianowanego. Powierzchnie pików i współczynniki kalibracyjne RF obliczone w ppkt. 5.2.3. zastosować do obliczenia stężeń analizowanych substancji w roztworze próbki.

5.2.3. Kalibrowanie.

Wprowadzić strzykawką 10 µl roztworu odniesienia (3.10.) i zarejestrować chromatogram. Wprowadzać próbkę kilkakrotnie aż do otrzymania stałej powierzchni pików.

Oznaczyć współczynnik kalibracji RF_i :

$$RF_i = \frac{P_i}{C_i}$$

w którym

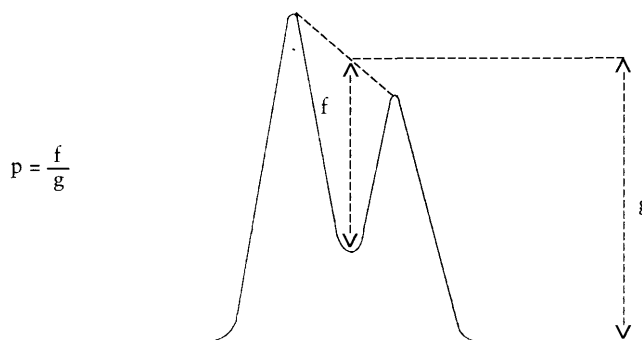
P_i = powierzchnia pików dla hydrochinonu, eteru monometylowego hydrochinonu, eteru monoetylowego hydrochinonu lub eteru monobenzyłowego hydrochinonu, oraz

C_i = stężenie (g/50 ml) w roztworze odniesienia (3.10.) hydrochinonu, eteru monometylowego hydrochinonu,

eteru monoetylowego hydrochinonu lub eteru monobenzyłowego hydrochinonu.

Należy upewnić się czy chromatogramy otrzymane dla roztworu mianowanego i roztworu próbki odpowiadają następującym wymaganiom:

- rozdział pików w najgorzej rozdzielonej parze powinien wynosić co najmniej 0,90 (definicję rozdziału pików przedstawiono na rysunku 1);

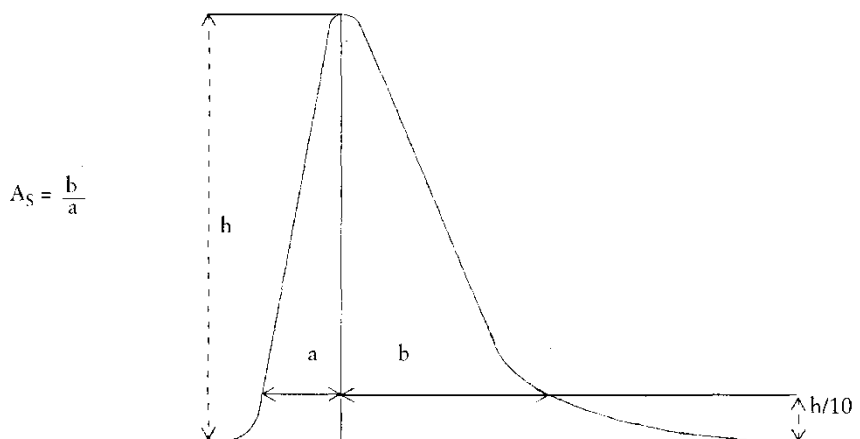


Rysunek 1. Rozdział pików

Jeśli nie uzyskano wymaganego rozdziału pików, należy zastosować kolumnę

o większej rozdzielczości lub poprawiać skład fazy ruchomej aż do spełnienia wymagań.),

- współczynnik asymetrii A_s , wszystkich otrzymanych pików powinien znajdować się w zakresie od 0,9 do 1,5 (definicję współczynnika asymetrii pików przedstawiono na rysunku 2); Do zarejestrowania chromatogramu w celu oznaczenia współczynnika asymetrii polecana jest szybkość przesuwu papieru co najmniej 2 cm/min.



Rysunek 2. Współczynnik asymetrii piku

- otrzymuje się stałą linię podstawową.

6. Obliczenie

Powierzchnie pików analizowanych substancji stosuje się do obliczenia stężenia (stężeń) tej (tych) substancji w próbce. Obliczyć stężenie analizowanej substancji w próbce w procentach masowych (x_i) stosując wzór:

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

w którym:

a = masa analizowanej próbki w gramach,

b_i = powierzchnia pików substancji analizowanej „i” w próbce.

7. Powtarzalność¹⁸

- 7.1. Dla zawartości hydrochinonu 2,0% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,13%.
- 7.2. Dla zawartości eteru monometylowego hydrochinonu 1,0% różnica między

¹⁸ ISO 5725.

wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,1%.

7.3. Dla zawartości eteru monoetylowego hydrochinonu 1,0% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,11%.

7.4. Dla zawartości eteru monobenzyłowego hydrochinonu 1,0% różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,11%.

8. **Odtwarzalność**¹⁹

8.1. Dla zawartości hydrochinonu 2,0% różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki w różnych warunkach (inne laboratoria, inni wykonawcy, inna aparatura i/lub inny czas) nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,37%.

8.2. Dla zawartości eteru monometylowego hydrochinonu 1,0% różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki w różnych warunkach (inne laboratoria, inni wykonawcy, inna aparatura i/lub inny czas) nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,21%.

8.3. Dla zawartości eteru monoetylowego hydrochinonu 1,0% różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki w różnych warunkach (inne laboratoria, inni wykonawcy, inna aparatura i/lub inny czas) nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,19%.

8.4. Dla zawartości eteru monobenzyłowego hydrochinonu 1,0% różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki w różnych warunkach (inne laboratoria, inni wykonawcy, inna aparatura i/lub inny czas) nie powinna przekraczać absolutnej wartości 0,11%.

9. **Uwagi**

9.1. Jeśli stwierdzono zawartość hydrochinonu znacznie ponad 2%, a wymagana jest dokładna ocena zawartości, ekstrakt próbki (5.1.) powinno się rozcieńczyć do stężenia podobnego do tego, jakie możnaby otrzymać z próbki zawierającej 2% hydrochinonu i powtórzyć oznaczenie. (Dla wysokich stężeń hydrochinonu, w niektórych przyrządach absorbancja może znaleźć się poza liniowym zakresem

¹⁹ ISO 5725.

wskazań detektora.)

9.2. Zakłócenia

Opisana powyżej metoda pozwala na oznaczenie hydrochinonu i jego eterów w jednym izokratycznym przebiegu. Zastosowanie kolumny fenyłowej zapewnia wystarczającą zdolność zatrzymywania hydrochinonu, czego nie można zagwarantować przy zastosowaniu kolumny C18 z użyciem podanej fazy ruchomej. Jednakże, metoda ta jest podatna na zakłócenia przez szereg parabenów (estrów kwasu 4-hydroksybenzoesowego). W takich przypadkach należy powtórzyć oznaczenie z różnymi układami faza ruchoma / faza stacjonarna. Odpowiednie metody można znaleźć w przypisach 1 i 2:

Kolumna: Zorbax ODS, 4,6 mm x 25 mm lub równoważna,

temperatura: 36°C,

szybkość przepływu: 1,5 ml/min

faza ruchoma:

dla hydrochinonu: metanol / woda 5/95 (v/v)

dla eteru monometylowego hydrochinonu: metanol / woda 30/70 (v/v)

dla eteru monobenzyłowego hydrochinonu: metanol / woda 80/20 (v/v)²⁰,

Kolumna: Spherisorb SS-ODS lub równoważna,

faza ruchoma: woda / metanol 90/10 (v/v),

szybkość przepływu: 1,5 ml/min.

Te warunki są odpowiednie dla hydrochinonu²¹.

²⁰ M. Herpol - Boiremans, M.O. Masse, Identification et dosage de l'hydroquinone et de ses ethers methylique et benzylique dans les produits cosmetiques pour blanchir la peau. Int. J. Cosmet. Sci. 8-203-214 (1986).

²¹ 2. J. Firth, I. Rix, Detennination of hydroquinone in skin toning creams, Analyst (1986), 111. str. 129.

**IDENTYFIKOWANIE I OZNACZANIE 2-FENOKSYETANOLU,
1-FENOKSYPROPAN-2-OLU, 4-HYDROKSYBENZOESANÓW METYLU, ETYLU,
PROPYLU, BUTYLU I BENZYLU W PRODUKTACH KOSMETYCZNYCH**

A. IDENTYFIKOWANIE

1. Przedmiot i zakres stosowania

W metodzie określa procedurę TLC, która w połączeniu z metodą oznaczania opisaną w sekcji B, pozwala na identyfikowanie 2-fenoksyetanolu, 1-fenoksypropan-2-olu, 4-hydroksybenzoesanu metylu, 4-hydroksybenzoesanu etylu, 4-hydroksybenzoesanu propylu, 4-hydroksybenzoesanu butylu i 4-hydroksybenzoesanu benzylu w produktach kosmetycznych.

2. Zasada

Środki konserwujące ekstrahuje się acetonem z zakwaszonej próbki kosmetyku. Po przesączeniu roztwór acetonowy miesza się z wodą i w środowisku alkalicznym kwasy tłuszczowe zostają strącone w postaci soli wapnia. Alkaliczną mieszaninę aceton / woda ekstrahuje się eterem dietylowym w celu usunięcia substancji lipofilowych. Po zakwaszeniu środki konserwujące ekstrahuje się eterem dietylowym. Próbkę ekstraktu w eterze dietylowym nanosi się na płytkę do chromatografii cienkowarstwowej pokrytą żelem krzemionkowym. Po rozwinięciu chromatogram otrzymany na płycie obserwuje się w świetle UV i wywołuje używając odczynnika Miliona.

3. Odczynniki

3.1. Ogólne.

Wszystkie używane odczynniki posiadają czystość analityczną. Woda jest wodą destylowaną lub wodą co najmniej równej czystości,

3.2. Aceton.

3.3. Eter dietylowy.

3.4. n-Pentan.

3.5. Metanol.

3.6. Kwas octowy, lodowaty.

3.7. Kwas solny, roztwór $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$.

3.8. Wodorotlenek potasu, roztwór $c(\text{KOH}) = 4 \text{ mol/l}$.

3.9. 2-hydrat chlorku wapnia ($\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

- 3.10. Odczynnik wywołujący: odczynnik Millona.
Odczynnik Millona [azotan rtęci (II)] to fabrycznie przygotowany roztwór, dostępny w handlu (Fluka 69820),
- 3.11. 2-Fenoksyetanol.
- 3.12. 1-Fenoksypropan-2-ol.
- 3.13. 4-Hydroksybenzoesan metylu (metyloparaben).
- 3.14. 4-Hydroksybenzoesan etylu (etyloparaben).
- 3.15. 4-Hydroksybenzoesan n-propylu (propyloparaben).
- 3.16. 4-Hydroksybenzoesan n-butylu (butyloparaben).
- 3.17. 4-Hydroksybenzoesan benzylu (benzyloparaben).
- 3.18. Roztwory odniesienia.
Przygotować 0,1% (m/V) roztwory wszystkich substancji odniesienia z ppkt. 3.11, 3.12, 3.13, 3.14, 3.15, 3.16, i 3.17 w metanolu.
- 3.19. Rozpuszczalnik rozwijający.
Zmieszać 88 objętości n-pentanu (ppkt 3.4) z 12 objętościami kwasu octowego lodowatego (ppkt 3.6).
4. **Aparatura**
Standardowe wyposażenie laboratoryjne oraz:
 - 4.1. Łaźnia wodna, z możliwością utrzymania temperatury 60°C.
 - 4.2. Komora chromatograficzna (nie wyłożona bibułą filtracyjną).
 - 4.3. Źródło światła ultrafioletowego, 254 nm.
 - 4.4. Płytki do chromatografii cienkowarstwowej, 20 cm × 20 cm, pokryte fabrycznie 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego 60 F254ze strefą nanoszenia (Merck nr 11798 lub równoważne).
 - 4.5. Suszarka z możliwością utrzymania temperatury 105°C.
 - 4.6. Suszarka do suszenia włosów gorącym powietrzem.
 - 4.7. Wełniany wałek do malowania, długość około 10 cm, średnica zewnętrzna około 3,5 cm. Grubość wełnianej warstwy powinna wynosić 2-3 mm. Jeżeli konieczne należy przyciąć wełnianą warstwę (patrz uwaga w ppkt 5.2).
 - 4.8. 50 ml szklana rurka z gwintowanym korkiem.
 - 4.9. Płytką ogrzewana elektrycznie z termostatyczną kontrolą temperatury. Nastawienie temperatury około 80°C. Płytką grzejną jest pokryta płytka aluminiową o wymiarach 20 cm × 20 cm i o grubości 6 mm, dla uzyskania równomiernego rozprowadzania ciepła.

5. **Procedura**

5.1. Przygotowanie próbki.

Odważyć około 1 g próbki w 50 ml szklanej rurce z gwintowanym korkiem (ppkt 4.8.). Dodać cztery krople roztworu kwasu solnego (ppkt 3.7.) i 40 ml acetonu.

Do produktów kosmetycznych silnie alkalicznych, takich jak mydło toaletowe, dodaje 20 kropli roztworu kwasu solnego. Zamknąć rurkę, łagodnie ogrzewać mieszaninę do około 60°C dla ułatwienia ekstrakcji środków konserwujących do fazy acetonowej i wytrząsać energicznie przez jedną minutę.

Zmierzyć pH roztworu papierkiem wskaźnikowym pH i dostosować kwas solny do $\text{pH} \leq 3$. Wytrząsać energicznie ponownie przez jedną minutę.

Schłodzić roztwór do temperatury pokojowej i przesączyć przez bibułę filtracyjną do kolby stożkowej. Przenieść 20 ml przesączu do 200 ml kolby stożkowej, dodać 60 ml wody i wymieszać. Doprowadzić odczyn mieszaniny do pH 10 dodając wodorotlenek potasu (3.8.), używając papierka wskaźnikowego pH.

Dodać 1 g 2-hydratu chlorku wapnia (ppkt 3.9.) i wytrząsać energicznie. Przesączyć roztwór przez bibułę filtracyjną do 250 ml lejka rozdzielczego zawierającego 75 ml eteru dietylowego i wytrząsać energicznie przez jedną minutę.

Pozostawić warstwy do rozdzielenia i zebrać warstwę wodną w 200 ml kolbie stożkowej. Doprowadzić odczyn roztworu do pH około 2 dodając roztwór kwasu solnego, używając papierka wskaźnikowego pH. Następnie dodać 10 ml eteru dietylowego i wytrząsać energicznie przez jedną minutę. Pozostawić do rozdzielenia warstw i przenieść około 2 ml warstwy eteru dietylowego do 5 ml fiolki na próbkę.

5.2. Chromatografia cienkowarstwowa (TLC).

Umieścić płytkę do chromatografii cienkowarstwowej (ppkt 4.4.) na ogrzewanej płytce aluminiowej (ppkt 4.9.). Nanieść po 10 μl kolejno wszystkich roztworów odniesienia (ppkt 3.18.) i 100 μl roztworu (roztworów) próbki (próbek) (ppkt 5.1.) na linię początkową w strefie nanoszenia na płytce do chromatografii cienkowarstwowej.

Jeżeli jest to porządane, można użyć strumienia powietrza dla ułatwienia odparowania rozpuszczalnika. Zdjąć płytkę TLC z ogrzewanej płytki i

pozostawić do schłodzenia do temperatury pokojowej. Przenieść 100 ml rozpuszczalnika rozwijającego (ppkt 3.19.) do komory chromatograficznej (ppkt 4.2.).

Niezwłocznie umieścić płytkę TLC w nienasyconej komorze i rozwijać w temperaturze pokojowej do chwili gdy czoło rozpuszczalnika osiągnie odległość około 15 cm od linii bazowej.

Wyjąć płytkę z komory chromatograficznej i wysuszyć w strumieniu gorącego powietrza przy pomocy suszarki do włosów z gorącym powietrzem.

Zbadać płytkę w świetle UV (ppkt 4.3.) i zaznaczyć położenie plam. Ogrzewać płytkę w ciągu 30 minut w suszarce (ppkt 4.5.) w 100°C dla usunięcia nadmiaru kwasu octowego. Wywołać plamy środków konserwujących na chromatogramie odczynnikiem Miliona (ppkt 3.10.) przez zanurzenie wałka do malowania (ppkt 4.7.) w odczynniku i przesunięcie po płytce TLC do równomiernego nawilżenia.

Uwaga: Alternatywnie plamy można wywołać przez staranne spryskanie odczynnikiem Miliona wszystkich plam zaznaczonych w świetle UV.

Estry kwasu 4-hydroksybenzoesowego pojawiają się jako czerwone plamy, 2-fenoksyetanol i 1-fenoksypropan-2-ol jako żółte plamy. Jednak należy zauważyć, że sam kwas 4-hydroksybenzoesowy, który może znajdować się w próbkach jako środek konserwujący lub produkt rozkładu parabenu, pojawi się również jako czerwona plama. (ppkt. 7.3. i 7.4.).

6. **Identyfikowanie**

Obliczyć wartości R_f dla wszystkich plam. Porównać plamy otrzymane z roztworu próbki z plamami roztworów odniesienia ze względu na ich wartości R_f , zachowanie w promieniowaniu UV i kolor po wywołaniu. Wyciągnąć wstępne wnioski dotyczące identyfikowania środków konserwujących. Jeżeli zachodzi przypuszczenie, że parabeny znajdują się w próbce, należy zastosować chromatografię cieczową HPLC opisaną w sekcji B. Połączyć wyniki otrzymane z TLC i wysokosprawną chromatografią cieczową (HPLC) dla potwierdzenia obecności 2-fenoksyetanolu, 1-fenoksypropan-2-olu i parabenów.

7. **Uwagi**

- 7.1. Ze względu na toksyczne działanie odczynnika Miliona najlepszym sposobem jego stosowania jest jedna z opisanych procedur. Spryskiwanie nie jest polecane.
- 7.2. Inne związki zawierające grupy hydroksylowe mogą również dawać barwne

plamy z odczynnikiem Miliona. Tablicę kolorów i wartości R_f otrzymanych dla pewnej liczby środków konserwujących z użyciem procedury TLC można znaleźć w: de Kruijf. N., Rijk M. A. H., Pranato-Soetardhi L. A. i Schouten A; Determination of preservatives in cosmetic product I: Thin-layer chromatographic procedure for the identification of preservatives in cosmetic products (*J. Chromatography* 410, 395-411).

- 7.3. Wartości R_f podane w tabeli poniżej służą jako wskazówka do identyfikacji plam.

Związek	$R_f \times 100$	Barwa
kwas 4-hydroksybenzoesowy	11	czerwona
metyloparaben	12	czerwona
etyloparaben	17	czerwona
propyloparaben	21	czerwona
butyloparaben	26	czerwona
benzyloparaben	16	czerwona
2-fenoksyetanol	29	żółta
1-fenoksypropan-2-ol	50	żółta

- 7.4. Nie uzyskuje się rozdziału kwasu 4-hydroksybenzoesowego i metyloparabenu lub benzyloparabenu i etyloparabenu. Identyfikowanie tych związków powinno być potwierdzone przez przeprowadzenie analizy metodą HPLC opisaną w sekcji B i porównanie czasów retencji otrzymanych dla próbki z czasami dla norm.

B. OZNACZANIE

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metodę tę stosuje się do oznaczania 2-fenoksyetanolu, 1-fenoksypropan-2-olu, 4-hydroksybenzoesanu metylu, 4-hydroksybenzoesanu etylu, 4-hydroksybenzoesanu propylu, 4-hydroksybenzoesanu butylu i 4-hydroksybenzoesanu benzylu w produktach kosmetycznych.

2. **Definicje**

Ilości środków konserwujących oznaczone tą metodą są wyrażone w procentach masowych.

3. **Zasada**

Próbkę zakwasza się dodając kwas siarkowy i następnie dysperguje w mieszaninie alkoholu etylowego i wody. Po łagodnym podgrzaniu, mieszaninę

filtruje się w celu stopienia fazy ciekłej dla poprawienia ilościowej ekstrakcji.

Środki konserwujące w przesączu oznacza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) na odwróconych fazach stosując 4-hydroksybenzoosan izopropylu jako standard wewnętrzny.

4. **Odczynniki**

4.1. Ogólne.

Wszystkie odczynniki muszą posiadać czystość analityczną i być odpowiednie do HPLC gdzie stosowne. Woda powinna być wodą destylowaną lub wodą co najmniej równej czystości.

4.2. Alkohol etylowy, absolutny.

4.3. 2-Fenoksyetanol.

4.4. 1-Fenoksybenzoosan-2-ol.

4.5. 4-Hydroksybenzoosan metylu (metyloparaben).

4.6. 4-Hydroksybenzoosan etylu (etyloparaben).

4.7. 4-Hydroksybenzoosan n-propylu (propyloparaben).

4.8. 4-Hydroksybenzoosan izopropylu (izopropyloparaben).

4.9. 4-Hydroksybenzoosan n-butyłu (butyloparaben).

4.10. 4-Hydroksybenzoosan benzylu (benzyloparaben).

4.11. Tetrahydrofuran.

4.12. Metanol.

4.13. Acetonitryl.

4.14. Kwas siarkowy, roztwór $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mole/l}$.

4.15. Mieszanina alkohol etylowy / woda.

Zmieszać dziewięć objętości alkoholu etylowego (ppkt 4.2.) i jedną objętość wody.

4.16. Roztwór wewnętrznego standardu.

Odważyć dokładnie około 0,25 g izopropyloparabenu (ppkt 4.8.), przenieść do 500 ml kolby miarowej, rozpuścić i uzupełnić objętość mieszaniną alkohol etylowy / woda (ppkt 4.15.).

4.17. Faza ruchoma: mieszanina tetrahydrofuran / woda / metanol / acetonitryl.

Zmieszać 5 objętości tetrahydrofuranu, 60 objętości wody, 10 objętości metanolu i 25 objętości acetonitrylu.

4.18. Bazowy roztwór środków konserwujących.

Do 100 ml kolby miarowej odważyć dokładnie około 0,2 g 2-fenoksyetanolu,

0,2 g l-fenoksypropan-2-olu, 0,05 g metyloparabenu, 0,05 g etyloparabenu, 0,05 g propyloparabenu, 0,05 g butyloparabenu i 0,025 g benzyloparabenu, rozpuścić i uzupełnić objętość mieszaniną etanol/woda. Roztwór przechowywany w lodówce jest trwały przez jeden tydzień.

4.19. Standardowe roztwory środków konserwujących.

Z roztworu bazowego (ppkt 4.18.) przenieść odpowiednio 20,00 ml, 10,00 ml, 5,00 ml, 2,00 ml i 1,00 ml do 50-ml kolb miarowych. Do każdej kolby dodać po 10,00 ml roztworu wewnętrznego standardu (ppkt 4.16.) i 1,0 ml roztworu kwasu siarkowego (ppkt 4.14.) i uzupełnić objętość mieszaniną alkohol etylowy/woda. Roztwory te powinny być świeżo przygotowane.

5. **Aparatura**

Standardowe wyposażenie laboratoryjne:

5.1. Łaźnia wodna, z możliwością utrzymania temperatury $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

5.2. Wysokosprawny chromatograf cieczowy z detektorem UV o długości fali 280 nm.

5.3. Kolumna analityczna.

Stal kwasoodporna, długość 25 cm, średnica wewnętrzna 4,6 mm (lub długość 12,5 cm, średnica wewnętrzna 4,6 mm) z wypełnieniem Nucleosil 5C18 lub równoważne (patrz ppkt. 10.1).

5.4. 100-ml szklane rurki z gwintowanym korkiem.

5.5. Kamyki wrzenne, z karborundu, o wymiarach 2 do 4 mm lub równoważne.

6. **Procedura**

6.1. Przygotowanie próbki.

6.1.1. Przygotowanie próbki bez dodatku wewnętrznego standardu

Do 100 ml szklanej rurki z gwintowanym korkiem odważyć około 1,0 g próbki. Pipetą dodać do rurki 1,0 ml roztworu kwasu siarkowego (ppkt 4.14.) i 50 ml mieszaniny alkohol etylowy / woda (ppkt 4.15.). Dodać około 1 g kamyków wrzennych (ppkt 5.5.), zamknąć rurkę i wytrząsać energicznie aż do otrzymania homogenicznej zawiesiny. Wytrząsać co najmniej przez jedną minutę. Umieścić rurkę na okres pięciu minut w łaźni wodnej (ppkt 5.1.) utrzymywanej w temperaturze $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ dla ułatwienia ekstrakcji środków konserwujących do fazy etanolowej

Niezwłocznie schłodzić rurkę w strumieniu zimnej wody i przechowywać

ekstrakt w lodówce przez jedną godzinę. Przesączyć ekstrakt przez bibułę filtracyjną. Przenieść około 2 ml przesącza do 5 ml fiolki na próbkę. Ekstrakty należy przechowywać w lodówce i oznaczyć skład metodą HPLC w ciągu 24 godzin.

6.1.2. Przygotowanie próbki z dodatkiem wewnętrznego standardu.

Do 100-ml szklanej rurce z gwintowanym korkiem odważyć z dokładnością do trzeciego miejsca dziesiętnego $1,0 \pm 0,1$ g próbki.

Do rurki pipetować 1,0 ml roztworu kwasu siarkowego i 40,0 ml mieszaniny alkohol etylowy / woda. Dodać około 1 g kamyków wrzennych (ppkt 5.5.) i dokładnie 10,00 ml roztworu wewnętrznego standardu. Zamknąć rurkę i wstrząsać energicznie aż do otrzymania homogenicznej zawiesiny. Wstrząsać przez co najmniej jedną minutę. Umieścić rurkę na okres pięciu minut w łaźni wodnej utrzymywanej w temperaturze $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ w celu ułatwienia ekstrakcji środków konserwujących do fazy etanolowej.

Niezwłocznie schłodzić rurkę w strumieniu bieżącej zimnej wody i przechowywać ekstrakt w lodówce przez jedną godzinę. Przesączyć ekstrakt przez bibułę filtracyjną.

Przenieść około 2 ml przesącza do 5 ml fiolki na próbę (roztwór testowy). Przechowywać ekstrakt w lodówce i wykonać oznaczenia metodą HPLC w ciągu 24 godzin.

6.2. Wysokosprawna chromatografia cieczowa (HPLC).

6.2.1. Warunki analizy chromatograficznej.

- Faza ruchoma: mieszanina tetrahydrofuran / woda / metanol / acetonitryl (ppkt 4.17).
- Szybkość przepływu: 1,5 ml/minutę.
- Długość fali detekcji: 280 mm.

6.2.2. Kalibrowanie.

Wstrzyknąć po 10 μl wszystkich standardowych roztworów środków konserwujących (ppkt 4.19.). Z otrzymanych chromatogramów oznaczyć stosunki wysokości szczytu standardowych roztworów środków konserwujących do wysokości szczytu wewnętrznego standardu. Wykreślić krzywą dla każdego środka konserwującego odnosząc te stosunki do stężeń roztworów standardowych.

6.2.3. Oznaczanie.

Wstrzyknąć po 10 μ l roztworu próbki bez wewnętrznego standardu (ppkt 6.1.1.) do chromatografu i zarejestrować chromatogram.

Wstrzyknąć 10 μ l jednego ze standardowych roztworów środków konserwujących (ppkt 4.19.) i zarejestrować chromatogram. Porównać otrzymane chromatogramy.

Jeżeli na chromatogramie ekstraktu próbki (ppkt 6.1.1.) nie ma żadnego szczytu mającego w przybliżeniu ten sam czas retencji jak izopropyloparaben (polecany standard wewnętrzny), kontynuować wprowadzając strzykawką 10 μ l roztworu próbki z wewnętrznym standardem (ppkt 6.12.). Zarejestrować chromatogram i zmierzyć wysokości szczytu.

Jeżeli na chromatogramie roztworu próbki występuje szczyt przeszkadzający o takim samym czasie retencji jak izopropyloparaben, należy wybrać inny wewnętrzny standard.

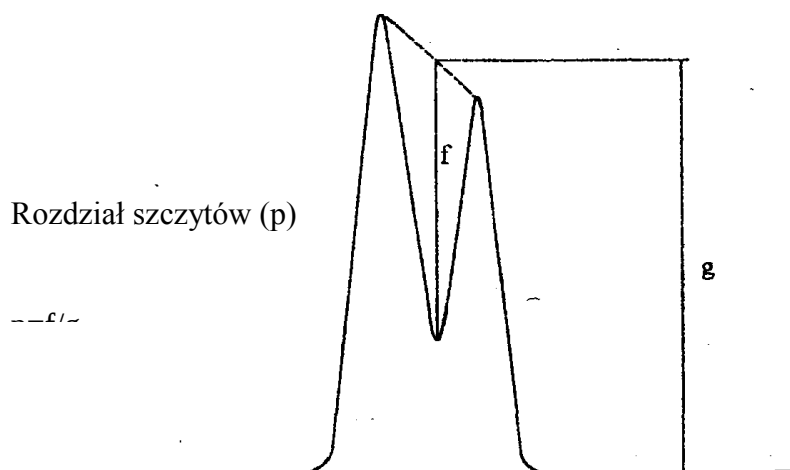
Jeżeli jeden ze środków konserwujących poddawanych badaniu jest nieobecny na chromatogramie, ten środek można stosować jako alternatywny wewnętrzny standard.

Obliczyć stosunki wysokości szczytów badanych środków konserwujących do wysokości szczytu wewnętrznego standardu.

Upewnić się, że dla roztworów standardowych stosowanych w procedurze kalibrowania otrzymuje się liniową zależność.

Upewnić się, że chromatogramy otrzymane dla roztworu standardowego i roztworu próbki odpowiadają następującym wymaganiom:

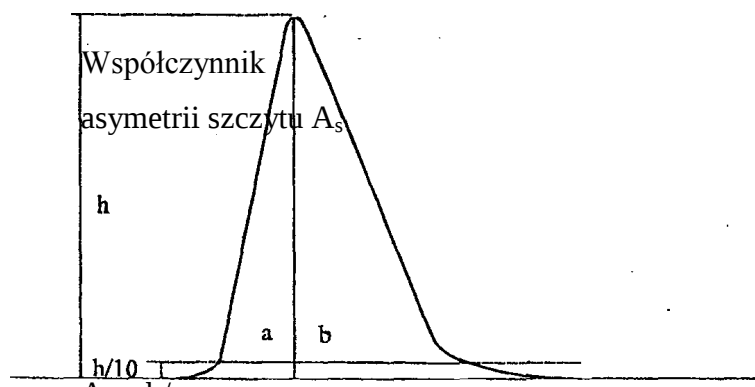
- rozdział szczytów najgorzej rozdzielonej pary powinien wynosić co najmniej 0,90 (definicję rozdziału pików przedstawiono na rys. 1);



Rys. 1. Rozdział szczytów

Jeżeli nie uzyskano wystarczającego rozdziału, można zastosować zarówno kolumnę o większej rozdzielczości, lub poprawiać skład fazy ruchomej aż do spełnienia wymagań,

- współczynniki asymetrii A_s wszystkich otrzymanych szczytów znajdują się w zakresie 0,9 - 1,5 (definicję współczynnika asymetrii przedstawiono na rys. 2) Do zarejestrowania chromatogramu w celu oznaczenia współczynnika asymetrii zaleca się szybkość przesuwu papieru co najmniej 2 cm/min.



Rys. 2. Współczynnik asymetrii szczytu A_s

- powinno się otrzymać stałą linię podstawową.

7. Obliczenie

Zastosować krzywą odzworowania (ppkt 6.2.2.) i stosunki wysokości szczytów badanych środków konserwujących do wysokości szczytu wewnętrznego standardu do obliczenia stężenia środków konserwujących w roztworze próbki. Obliczyć zawartość 2-fenoksyetanolu, 1-fenoksypropan-2-olu, 4-hydroksybenzoesanu metylu, 4-hydroksybenzoesanu etylu, 4-hydroksybenzoesanu propylu, 4-hydroksybenzoesanu butylu i 4-hydroksybenzoesanu benzylu, w_i , w procentach masowych (% m/m), stosując wzór:

$$\%w_i(m/m) = \frac{b_i}{200 \times a}$$

w którym:

- b_i = stężenie ($\mu\text{g/ml}$) środka konserwującego „i” w roztworze badanym, odczytane z krzywej odzworowania,
- a = masa (g) analizowanej próbki.

8. **Powtarzalność**

Patrz uwagi, ppkt. 10.5.

9. **Odtwarzalność²²**

Patrz uwagi, pkt. 10.5.

10. **Uwagi**

10.1. Faza spoczynkowa.

Zachowanie retencyjne roztworu przy oznaczaniu metodą HPLC zależy w dużym stopniu od rodzaju, gatunku i przygotowania fazy spoczynkowej. O tym czy kolumnę można zastosować do rozdziału badanych środków konserwujących, można wnioskować na podstawie wyników otrzymanych dla roztworów standardowych (patrz uwagi w ppkt 6.2.3.). Stwierdzono, że poza proponowanymi już materiałami do wypełnienia kolumn, również Hypersil ODS i Zorbax ODS są odpowiednie. Także skład polecanej fazy ruchomej można optymalizować w celu uzyskania wymaganego rozdziału.

10.2. Długość fali detekcji.

Badanie chropowatości opisanej metody wykazało, że niewielka zmiana w długości fali detekcji może mieć znaczący wpływ na wyniki oznaczenia. Dlatego parametr ten musi być starannie kontrolowany podczas analizy.

10.3. Zakłócenia.

W warunkach opisanych w tej metodzie wiele innych różnych związków, takich jak środki konserwujące i dodatki do kosmetyków, ulega równie dobrze eluowaniu. Czasy retencji wielu środków konserwujących wymienionych w załączniku VI do rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczącego produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.²³⁾), można znaleźć w: de Kruijff N., Rijk M. A. H., Pranato-Soetardhi L. A. i

²² ISO 5725.

²³⁾ Zmiany niniejszego rozporządzenia zostały ogłoszone w Dz. Urz. UE L 114 z 25.04.2013, str. 1, Dz. Urz. UE L 139 z 25.05.2013, str. 8, Dz. Urz. UE L 190 z 11.07.2013, str. 38, Dz. Urz. UE L 315 z 26.11.2013, str. 34, Dz. Urz. UE L 107 z 10.04.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 238 z 09.08.2014, str. 3, Dz. Urz. UE L 254 z 28.08.2014, str. 39, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 1, Dz. Urz. UE L 282 z 26.09.2014, str. 5, Dz. Urz. UE L 193 z 21.07.2015, str. 115, Dz. Urz. UE L 199 z 29.07.2015, str. 22, Dz. Urz. UE L 60 z 05.03.2016, str. 59, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 106 z 22.04.2016, str. 7, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 1, Dz. Urz. UE L 187 z 12.07.2016, str. 4, Dz. Urz. UE L 189 z 14.07.2016, str. 40, Dz. Urz. UE L 198 z 23.07.2016, str. 10, Dz. Urz. UE L 17 z 21.01.2017, str. 52, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 12, Dz. Urz. UE L 36 z 11.02.2017, str. 37, Dz. Urz. UE L 117 z 05.05.2017, str. 1, Dz. Urz. UE L 174 z 07.07.2017, str. 16, Dz. Urz. UE L 202 z 03.08.2017, str. 1,

Schouten A. Detennination of preservatives m cosmetic products II. Highperfonnance liquid chromatographic identification. (*J. Chromatography*, 1989, 469, str. 317-398).

- 10.4. Do zamontowanej kolumny analitycznej można użyć odpowiedniej kolumny zabezpieczającej.
- 10.5. Metodę sprawdzono we wspólnym doświadczeniu z udziałem dziewięciu laboratoriów. Analizowano trzy próbki. Poniższa tabela podaje zawartość w% m/m (m), powtarzalność (r) i odtwarzalność (R) substancji obecnych we wszystkich trzech próbkach.

Próbka	2-fenoksyetanol		1-fenoksypropan-2-ol	metyloparaben	etyloparaben	propyloparaben	butyloparaben	benzyloparaben
Krem Witaminowy	m	1,124		0,250	0,0628	0,0310	0,0906	
	r	0,016		0,018	0,0035	0,0028	0,0044	
	R	0,176		0,030	0,0068	0,0111	0,0034	
Krem Nawilżający	m	1,196		0,266	0,076			
	r	0,040		0,003	0,002			
	R	0,147		0,022	0,004			
Krem do masażu	m		0,806			0,180	0,148	0,152
	r		0,067			0,034	0,013	0,015
	R		0,112			0,078	0,012	0,016

UZASADNIENIE

Projektowane rozporządzenie ma na celu wdrożenie do prawa polskiego siedmiu dyrektyw Unii Europejskiej odnoszących się do metod analizy stosowanych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych.

Projekt rozporządzenia stanowi wykonanie upoważnienia ustawowego zawartego w art. 25 ust. 3 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...).

W załączniku opisano metody analityczne służące do identyfikacji i oznaczania związków chemicznych stosowanych w różnych produktach kosmetycznych. Są to m. in. amoniak, nitrometan, kwas tioglikolowy – stosowany w preparatach do trwałej ondulacji i depilatorach chemicznych, fluor w preparatach do pielęgnacji jamy ustnej, azotan srebra, bar i stront w pigmentach i lakach, konserwanty dozwolone do stosowania w produktach kosmetycznych – alkohol benzylowy, kwas benzoesowy, sorbowy, parabeny.

Wydanie tego rozporządzenia jest konieczne z uwagi na fakt, że rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1223/2009 z dnia 30 listopada 2009 r. dotyczące produktów kosmetycznych (wersja przekształcona) (Dz. Urz. UE L 342 z 22.12.2009, str. 59, z późn. zm.) nie uchyliło dyrektyw dotyczących metod analizy składu produktów kosmetycznych, które są wdrożone obecnie do prawa polskiego rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie określenia procedur pobierania próbek kosmetyków oraz procedur przeprowadzania badań laboratoryjnych (Dz. U. z 2003 r. poz. 107 oraz z 2004 r. poz. 2106).

Projektowane regulacje wejdą w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia. Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie określenia procedur pobierania próbek kosmetyków oraz procedur przeprowadzania badań laboratoryjnych, które traci moc z dniem wejścia w życie niniejszego rozporządzenia zgodnie z art. 65 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych.

Projekt rozporządzenia nie będzie miał wpływu na sektor mikro, małych i średnich przedsiębiorstw.

Projekt rozporządzenia jest zgodny z prawem Unii Europejskiej.

Projekt regulacji nie wymaga notyfikacji w rozumieniu przepisów rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. poz. 2039 oraz z 2004 r. poz. 597).

Projekt rozporządzenia nie wymaga przedstawienia właściwym organom i instytucjom Unii

Europejskiej, w tym Europejskiemu Bankowi Centralnemu, w celu uzyskania opinii, dokonania powiadomienia, konsultacji albo uzgodnienia.

Wskazać również należy, że nie istnieje możliwość podjęcia alternatywnych w stosunku do wydania projektowanego rozporządzenia środków umożliwiających osiągnięcie zamierzonego celu.

Nazwa projektu Projekt rozporządzenia Ministra Zdrowia w sprawie metod oznaczeń niezbędnych do kontroli bezpieczeństwa produktów kosmetycznych	Data sporządzenia 16.04.2018 r.
Ministerstwo wiodące i ministerstwa współpracujące Ministerstwo Zdrowia/Główny Inspektorat Sanitarny	Źródło: Art. 25 ust. 3 ustawy z dnia ... o produktach kosmetycznych (Dz. U. poz. ...)
Osoba odpowiedzialna za projekt w randze Ministra, Sekretarza Stanu lub Podsekretarza Stanu Marek Posobkiewicz, Główny Inspektor Sanitarny	Nr w wykazie prac Ministra Zdrowia: MZ ...
Kontakt do opiekuna merytorycznego projektu Główny Inspektorat Sanitarny, tel. 22 536 ... e-mail:@gis.gov.pl	

OCENA SKUTKÓW REGULACJI

1. Jaki problem jest rozwiązywany?

Celem projektu rozporządzenia jest wdrożenie do polskiego porządku prawnego siedmiu dyrektyw Unii Europejskiej odnoszących się do metod analizy stosowanych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych:

- 1) Pierwszej dyrektywy Komisji z dnia 22 grudnia 1980 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (80/1335/EWG) (Dz. Urz. WE L 383 z 31.12.1980, str. 27; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 6, str. 109 oraz Dz. Urz. WE L 57 z 27.02.1987, str. 56; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 8, str. 268);
- 2) Drugiej dyrektywy Komisji z dnia 14 maja 1982 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (82/434/EWG) (Dz. Urz. WE L 185 z 30.06.1982, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 6, str. 301 oraz Dz. Urz. WE L 108 z 28.04.1990, str. 92; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 10, str. 122);
- 3) Trzeciej dyrektywy Komisji z dnia 27 września 1983 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich dotyczących metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (83/514/EWG) (Dz. Urz. WE L 291 z 24.10.1983, str. 9; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 7, str. 124);
- 4) Czwartej dyrektywy Komisji z dnia 11 października 1985 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (85/490/EWG) (Dz. Urz. WE L 295 z 7.11.1985, str. 30; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 8, str. 46);
- 5) Piątej dyrektywy Komisji 93/73/EWG z dnia 9 września 1993 r. w sprawie metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych (Dz. Urz. WE L 231 z 14.09.1993, str. 34; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 12, str. 222);
- 6) Szóstej dyrektywy Komisji z dnia 7 lipca 1995 r. odnosząca się do metod analizy niezbędnych do kontroli składu produktów kosmetycznych (95/32/WE) (Dz. Urz. WE L 178 z 28.07.1995, str. 20; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 15, str. 171);
- 7) Siódmej dyrektywy Komisji 96/45/WE z dnia 2 lipca 1996 r. odnosząca się do metod analizy niezbędnych do kontroli składu produktów kosmetycznych (Dz. Urz. WE L 213 z 22.08.1996, str. 8; Dz. Urz. UE Polskie Wydanie Specjalne rozdz. 13, t. 17, str. 142).

2. Rekomendowane rozwiązanie, w tym planowane narzędzia interwencji, i oczekiwany efekt

Wdrożenie ww. dyrektyw w drodze rozporządzenia.

3. Jak problem został rozwiązany w innych krajach, w szczególności krajach członkowskich OECD/UE?

Nie przeprowadzano analizy rozwiązań przyjętych w innych państwach członkowskich, ponieważ rozwiązania przyjęte przez inne kraje zależą od ich specyfiki systemu legislacyjnego i organizacji nadzoru nad rynkiem.

4. Podmioty, na które oddziałuje projekt

Grupa	Wielkość	Źródło danych	Oddziaływanie
Organy Państwowej Inspekcji Sanitarnej			

5. Informacje na temat zakresu, czasu trwania i podsumowanie wyników konsultacji

Nie były prowadzone prekonsultacje publiczne projektu rozporządzenia.

Projekt rozporządzenia w ramach konsultacji publicznych zostanie przekazany, z ...-dniowym terminem na zgłaszanie uwag, do następujących podmiotów:

- 1) Sekretariatu Ochrony Zdrowia KK NSZZ „Solidarność”;
- 2) KK NZZ „Solidarność 80”;
- 3) Ogólnopolskiego Porozumienia Związków Zawodowych;
- 4) Forum Związków Zawodowych;
- 5) Polskiego Związku Przemysłu Kosmetycznego;
- 6) Polskiego Towarzystwa Kosmetologów;
- 7) Polskiego Stowarzyszenia Przemysłu Kosmetycznego i Detergentowego;
- 8) Federacji Konsumentów;
- 9) Stowarzyszenia Konsumentów Polskich;
- 10) Polskiego Klubu Ekologicznego;
- 11) Fundacji WWF Polska;
- 12) Polskiej Izby Handlu;
- 13) Konfederacji Lewiatan;
- 14) Business Centre Club;
- 15) Związku Przedsiębiorców i Pracodawców;
- 16) Pracodawców Rzeczypospolitej Polskiej;
- 17) Związku Rzemiosła Polskiego;
- 18) Polskiej Organizacji Handlu i Dystrybucji;
- 19) Naczelnej Rady Aptekarskiej;
- 20) Naczelnej Rady Lekarskiej;
- 21) Naczelnej Rady Pielęgniarek i Położnych;
- 22) Krajowej Rady Diagnostów Laboratoryjnych;
- 23) Rady Dialogu Społecznego;
- 24) Komisji Wspólnej Rządu i Samorządu Terytorialnego.

Wyniki konsultacji publicznych zostaną omówione w raporcie dołączonym do niniejszej Oceny.

Projekt, wraz z przesłaniem do konsultacji publicznych, zostanie opublikowany w Biuletynie Informacji Publicznej Ministerstwa Zdrowia zgodnie z przepisami ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingsowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. z 2017 r. poz. 248) oraz w Biuletynie Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji zgodnie z uchwałą nr 190 Rady Ministrów z dnia 29 października 2013 r. – Regulamin pracy Rady Ministrów (M.P. z 2016 r. poz. 1006, z późn. zm.).

6. Wpływ na sektor finansów publicznych

[illegible]

budżet państwa												
JST												
pozostałe jednostki (oddzielnie)												
Źródła finansowania												
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń												
7. Wpływ na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym funkcjonowanie przedsiębiorców oraz na rodzinę, obywateli i gospodarstwa domowe												
Skutki												
Czas w latach od wejścia w życie zmian		0	1	2	3	5	10	Łącznie (0–10)				
W ujęciu pieniężnym (w mln zł, ceny stałe z r.)	duże przedsiębiorstwa											
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw											
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe											
W ujęciu niepieniężnym	duże przedsiębiorstwa											
	sektor mikro-, małych i średnich przedsiębiorstw											
	rodzina, obywatele oraz gospodarstwa domowe											
Niemierzalne												
Dodatkowe informacje, w tym wskazanie źródeł danych i przyjętych do obliczeń założeń		Nie dotyczy.										
8. Zmiana obciążeń regulacyjnych (w tym obowiązków informacyjnych) wynikających z projektu												
☐ nie dotyczy												
Wprowadzane są obciążenia poza bezwzględnie wymaganymi przez UE (szczegóły w odwróconej tabeli zgodności).						☐ tak ☒ nie ☐ nie dotyczy						
☐ zmniejszenie liczby dokumentów ☐ zmniejszenie liczby procedur ☐ skrócenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:						☒ zwiększenie liczby dokumentów ☒ zwiększenie liczby procedur ☐ wydłużenie czasu na załatwienie sprawy ☐ inne:						
Wprowadzane obciążenia są przystosowane do ich elektronizacji.						☒ tak ☐ nie ☐ nie dotyczy						
Komentarz:												

. Wpływ na rynek pracy		
Regulacja prawna nie będzie miała wpływu na rynek pracy.		
0. Wpływ na pozostałe obszary		
☐ środowisko naturalne ☐ sytuacja i rozwój regionalny ☐ inne:	☐ demografia ☐ mienie państwowe	☐ informatyzacja ☒ zdrowie
Omówienie wpływu		
11. Planowane wykonanie przepisów aktu prawnego		
Z dniem wejścia w życie projektowanego rozporządzenia.		
12. W jaki sposób i kiedy nastąpi ewaluacja efektów projektu oraz jakie mierniki zostaną zastosowane?		
Nie dotyczy.		
13. Załączniki (istotne dokumenty źródłowe, badania, analizy itp.)		
Nie dotyczy.		