



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 75753

(13) C2

(51) МПК (2006)

G01N 1/00

G01N 15/10

A61K 8/04

A61K 8/92

B01D 37/00

B01D 1/00

B01D 11/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ПІДГОТОВКИ ЗРАЗКІВ КОСМЕТИЧНОЇ ПРОДУКЦІЇ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВАЖКИХ МЕТАЛІВ

1

2

(21) 20040604272

(22) 03.06.2004

(24) 15.05.2006

(46) 15.05.2006, Бюл. № 5, 2006 р.

(72) Тарасюк Олександра Олександрівна, Андрейко Олена Юріївна, Бідниченко Юрій Іванович, Мисак Леся Михайлівна

(73) ТАРАСЮК ОЛЕКСАНДРА ОЛЕКСАНДРІВНА, АНДРЕЙКО ОЛЕНА ЮРІЇВНА, БІДНИЧЕНКО ЮРІЙ ІВАНОВИЧ, МИСАК ЛЕСЯ МИХАЙЛІВНА, ЛЬВІВСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ ЕПІДЕМІОЛОГІЇ ТА ГІГІЄНИ МІНІСТЕРСТВА ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ

(56) ) UA A 63093 15.01.2004

Cordier S., Grasmick C., Paquer-Passelaigue M., Mandereau L., Weber J.P., Jouan M. Mercury exposure in French Guiana: levels and determinants. - Archives of Environment & Health, 1998, vol.53, № 4. p. 299-303

Tamburic S., Craid D.Q., Vuleta G., Milic J. An investigation into use of thermorheology and texture

analysis in the evaluation of W/O cream stabilized with a silicone emulsifier - Pharm. Dev. Technol. 1996, Oct; 1 (3): 299-306

Al-Ashban R.M., Aslam M., Shah A.H. Kohl (surma): a toxic traditional eye cosmetic study in Saudi Arabia. - Public Health, 2004, vol. 118, № 4. p.292-298.

(57) Спосіб підготовки зразків косметичної продукції для визначення важких металів, який відрізняється тим, що наважку зразка крему, 100 г емульсійних кремів або 200 г жирових, кип'ятять 1 год. з такою ж кількістю розчину нітратної кислоти (1:2), охолоджують до розділення фаз, фільтрують через скляний або целюлозний фільтр, повторно кип'ятять з половиною кількістю розчину нітратної кислоти, охолоджують до розділення фаз, фільтрують через скляний або целюлозний фільтр, екстрагують об'єднані водні витяжки гексаном тричі по 30 мл, упарюють об'єднані гексанові витяжки до об'єму 0,5 мл на киплячій водяній бані.

Винахід належить до галузі хімічного дослідження парфумерно-косметичних виробів на наявність в них важких металів і стосується способу підготовки проб парфумерно-косметичної продукції. Національну нормативи безпеки для людини парфумерно-косметичних виробів при їх санітарно-токсикологічному дослідженні (ДСанПіН №2.2.9.027-99) не вимагають визначення вмісту шкідливих хімічних речовин у даному виді промислової продукції. Контроль якості парфумерно-косметичних виробів проводиться за ГОСТ 29189-91 "Кремы косметические. Общие технические условия", який нормує вміст води, гліцерину та сухих речовин у складі відповідного крему. Визна-

чення лише цих параметрів є недостатнім навіть для підтвердження автентичності відповідного виробу та встановлення факту його фальсифікації.

На даний час в Україні немає стандартних норм допустимого вмісту шкідливих хімічних речовин, зокрема токсичних елементів, у парфумерно-косметичних виробках, способу підготовки зразків виробів для аналізу, та відсутні методики проведення таких досліджень.

Одним із важливих гігієнічних параметрів безпеки парфумерно-косметичних виробів є вміст важких металів (токсичних елементів). Цей показник повинен бути обов'язковим для засобів косметики, які характеризуються високим вмістом різно-

(13) C2

(11) 75753

(19) UA

манітних пігментів та синтетичних металоорганічних барвників, диспергованих у жировій основі.

Найбільш складними зразками для санітарно-хімічних досліджень є креми, мазі та формовані косметичні вироби (компакт-пудри, помади для губ, тональні олівці, тощо). Через високий вміст у їх складі полімерів-основоутворювачів, поверхнево-активних речовин та стабілізаторів значно ускладнюється операція мінералізації цих зразків.

Деструкція жирових компонентів даних емульсій за допомогою сумішей кислот відбувається надзвичайно важко, що вимагає тривалого кип'ятіння. Недоліком такого кількогодінного кип'ятіння є те, що токсичні елементи, які мають здатність до утворення летких сполук (арсен, стибій, ртуть), встигають повністю винестися (видалитися) із парою та димом.

Основними методами визначення вмісту важких металів у косметичних виробках є атомно-абсорбційна спектроскопія [1-4] та полум'яна фотометрія [1, 5, 6]. Підготовка будь-яких досліджуваних зразків для атомно-абсорбційного аналізу полягає у повній їх мінералізації, яку можна проводити шляхом озолення або обробкою мінеральними сумішами кислот.

Для багатокомпонентних сумішей чи складних композицій, які містять жири та жироподібні речовини, більш прийнятним і традиційним є метод "микрої" мінералізації, тобто кип'ятіння (окислення) сумішами мінеральних кислот. Зокрема, цей спосіб мінералізації рекомендовано для підготовки проб харчових жирів та олій [7] та для підготовки проб сонцезахисних кремів [2, 8] та зубних паст [1].

До складу косметичних виробів входить багато органічних сполук, а різні жири та воски служать основами фермових косметичних виробів та є основними компонентами різноманітних кремів.

У одному з аналогів [2] для перетворення органічних компонентів проводиться мікрохвильова обробка проб в закритому тефлоновому реакторі в присутності суміші нітратної і хлоридної кислот.

У іншому аналогу [7] рекомендують для мінералізації використовувати кип'ятіння досліджуваних зразків у суміші розчинів нітратної і хлоридної кислот.

У третьому варіанті [8] процедура екстракції двох різних металів полягає в обробці досліджуваних зразків розчином хлоридної кислоти в спирті. Використання спирту зумовлене необхідністю розчинення жирових та ефірних компонентів есенціальних олій.

Тому логічним є вибір саме методу "микрої" мінералізації для підготовки проб косметичних виробів, взявши за основу спосіб мінералізації жирів, олій та маргарину сумішшю мінеральних кислот, викладений у [7].

Винахід направлений на вирішення завдання по мокрої мінералізації зразків (проб) косметичної продукції для проведення їх хімічного дослідження (аналізу) з метою виявлення та кількісного визначення важких металів в складі даної продукції.

Спосіб підготовки зразків косметичної продукції для визначення важких металів полягає в слідуючому:

наважку зразка крему (100г емульсійних кремів або 200г жирових) кип'ятять 1год. з такою ж

кількістю розчину нітратної кислоти (1:2), охолоджують до розділення фаз, фільтрують через скляний або целюлозний фільтр, повторно кип'ятять з половиною кількістю розчину нітратної кислоти, охолоджують до розділення фаз, фільтрують через скляний або целюлозний фільтр, екстрагують об'єднані водні фази (витяжки) гексаном тричі по 30мл, упарюють об'єднані гексанові витяжки (екстракти) до об'єму 0,5мл на киплячій водяній бані. Одержаний екстракт аналізують на вміст важких металів.

Вибір нами нітратної кислоти для проведення мокрої мінералізації пояснюється наступними причинами:

- нітратна кислота створює дуже низьке значення pH (~1) у реакційній суміші, викликаючи таким чином розрив ковалентних зв'язків металоорганічних сполук,

- нітратна кислота є сильним окисником, який окислює іони металів до найвищого ступеня окислення,

- велике значення іонної сили розчинів нітратної кислоти сприяє утворенню розчинних нітратів досліджуваних металів або їх катіонних ацидокомплексів,

- нітратна кислота окислює і органічні сполуки (воски зокрема),

- нітратні солі досліджуваних металів є найкращим видом сполук, придатних для проведення атомно-абсорбційного аналізу.

Обробка мінералізату (деструктату) гексаном проводиться з метою

- екстракції жирів та жиророзчинних компонентів,

- видалення жиророзчинних компонентів із реакційного середовища,

- руйнування емульсій типу вода/масло.

Запропонована методика скорочує час проведення пробопідготовки зразків косметичної продукції та дозволяє одержати мінералізат, придатний для подальшого дослідження атомно-адсорбційним методом аналізу.

Прототипом запропонованої методики є ГОСТ 26929-94. «Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсических элементов».

Нова ознака: поєднання мокрої мінералізації з екстракцією органічним розчинником.

Використання: використовується при проведенні досліджень парфумерно-косметичної продукції на вміст важких металів.

Рекомендовано для використання при перевірці параметрів безпеки парфумерно-косметичної продукції та при проведенні її сертифікації.

Висновок: запропонований спосіб забезпечує найбільш оптимальні умови підготовки проб парфумерно-косметичної продукції для визначення вмісту важких металів і сприяє контролю безпеки цієї продукції для виключення шкідливого впливу на здоров'я людини.

Перелік використаної літератури

1. Тачев А., Йорданова Й., Петров И. Гигиеническое исследование содержания тяжелых металлов в зубных пастах. - Гигиена и санитария, 1993. - №4. - С.54-55.

2. Salvador A., Pascual-Marti M.C., Adell J.R. et

all. Analytical methodologies for atomic spectrometric determination of metallic oxides in UV sunscreen creams. - *Journal of Pharmaceutical & Biomedical Analysis*, 2000. - Vol.22. - №2. - P.301-306.

3. Sainio E.L., Jolanki R., Hakala E., Kanerva L. Metals and arsenic in eye shadows. - *Contact Dermatitis*, 2000. - Vol.42. - №1. - P.5-10.

4. Cordier S., Grasmick C., Paquier-Passelaigue M., Mandereau L., Weber J.P., Jouan M. Mercury exposure in French Guiana: levels and determinants. - *Archives of Environment & Health*, 1998. - Vol.53. - №4. - P.299-303.

5. Al-Ashban R.M., Aslam M., Shah A.H. Kohl (surma): a toxic traditional eye cosmetic study in Saudi Arabia. - *Public Health*, 2004. - Vol.118. - №4. - P.292-298.

6. Yamada M.O., Okayama M., Chikamori K. et

all. Possible contaminant origins of the red cosmetics decorating ancient burial sites in Japan. - *Research of Trace Elements Biology*, 2000. - Vol.77. - №2. - P.149-158.

7. ГОСТ 26929-94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсических элементов. - п.4.4.2. Кислотная минерализация растительных масел, маргарина, пищевых жиров для определения содержания меди и железа.

8. La Pera L., Saitta M., Di Bella G., Dugo G. Simultaneous determination of Cd(II), Cu(II), Pb(II), and Zn(II) in citrus essential oils by derivative potentiometric stripping analysis. - *Journal of Agriculture & Food Chemistry*, 2003. - Vol.51. - №5. - P.1125-1129.