

www.COVIRIAS.si

UVELJAVITEV NOVE ZAKONODAJE ZA KOZMETIČNE IZDELKE



Ljubljana, november 2012

Preskušanje kozmetičnih izdelkov

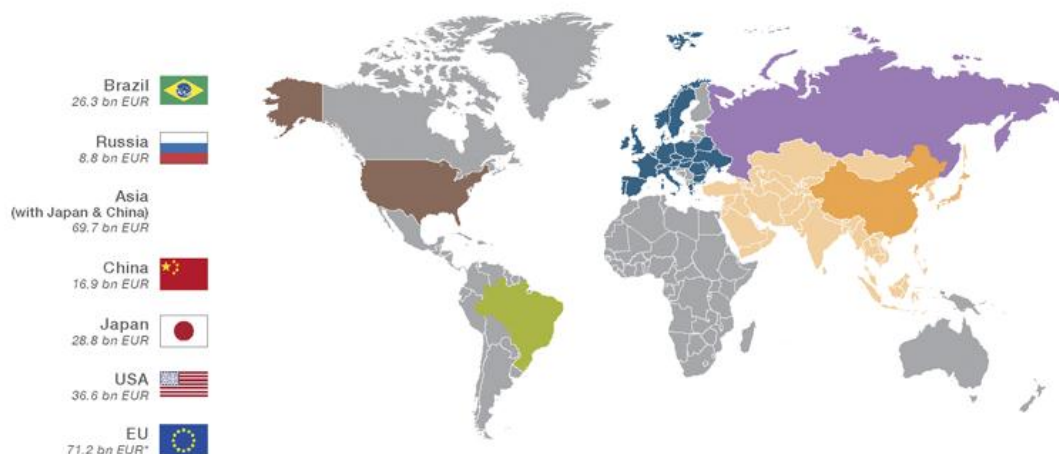
Viviana Golja

Uvod

Kozmetične izdelke uporabljamo nekajkrat na dan, vsak dan, iz dneva v dan. Kozmetična industrija je zelo razvita in močna, še posebej evropska industrija.



THE EUROPEAN INDUSTRY IN THE GLOBAL PERSPECTIVE
Beauty and personal care – Retail sales prices (RSP) in bn Euros
Value comparison of markets in 2011



* EU 27 + Norway and Switzerland

© Cosmetics Europe

Slika 1. Primerjava vrednosti tržišč kozmetičnih izdelkov v letu 2011

Vir: Spletna stran Cosmetic Europe (združenja evropske kozmetične industrije)

<https://www.cosmeticseurope.eu/about-cosmetics-europe/facts-and-figures-colipa-the-european-cosmetic-cosmetics-association.html> (dne 27.10.2012)

Obstaja veliko različnih vrst kozmetičnih izdelkov. Kozmetični izdelki vsebujejo veliko različnih spojin. Vsaka spojina opravlja ali določeno ključno funkcijo, kot je npr. čiščenje (mila, površinsko aktivne snovi), barvanje (barvila), odisavljenje (parfumi), zaščita pred UV sevanjem (UV filtri) itn., ali pomožno funkcijo (topila, stabilizatorji, emulgatorji, antioksidanti, pufri, konzervansi itn). Kozmetični izdelki ne smejo škodovati človekovemu zdravju in zato imajo nekatere sestavine v zakonodaji predpisane mejne vrednosti, ter zahteve za navedbe v deklaraciji izdelkov, ki jih vsebujejo, nekaterih škodljivih snovi pa v kozmetiki seveda sploh ne sme biti¹. V zakonodaji so tudi navedene posebne omejitve ter pogoji pod

katerimi se kozmetični izdelki, ki te sestavine vsebujejo lahko dajejo v promet. Take omejitve veljajo za barvila, konzervanse, UV filtre in še nekatere druge aktivne sestavine (oksidativna barvila za lase, fluorove dodatke za zobne paste, aktivne spojine v sredstvih za kodranja ali ravnanje las, alergene dišave...).

Da se prepričamo, ali se zahteve in omejitve spoštujejo, kozmetične izdelke preskušamo.

Preskušanje kozmetičnih izdelkov

Preskušanje kozmetičnih izdelkov je zaradi kompleksnosti njihove sestave velikokrat zelo zahtevno. V strokovni literaturi najdemo veliko različnih preskusnih metod, ki pa niso standardne metode. Standardne metode so metode, ki so širše priznane imajo status evropskega standarda (EN) ali mednarodnega standarda (ISO)². Večina standardnih metod na področju kozmetike obravnava mikrobiološko preskušanje kozmetike. Analizne metode za nekatere spojine so navedene v Pravilniku o načinu vzorčenja in metodah za laboratorijske analize kozmetičnih proizvodov³ in opisujejo preskušanje sestavin, katerih koncentracija je v kozmetičnih izdelkih omejena npr. hidrogen peroksida, oksidativnih barvil v barvah za lase, fluorida v zobnih pastah, tioglikolne kisline, konzervansov formaldehida, benzojske kisline, 4-hidroksibenzojske kisline, salicilne kisline, 2-fenoksietanola, estrov p-hidroksibenzojske kisline in prepovedanih spojin npr. heksaklorofena. Objavljene so v evropskih direktivah⁴. Glede na to, da so bile te metode izdelane že pred več kot petnajstimi leti, niso prilagojene sodobnim analiznim tehnikam in so manj v uporabi.

Izbira ustrezne analizne metode, predvsem metode priprave vzorca, je zelo pomembna. Pri izbiri metode je treba upoštevati kemijsko sestavo vzorca in koncentracijsko območje spojine, ki jo določamo. Metoda, ki se uporablja za vzorec določene sestave ni vedno uporabna za vzorec z drugačno sestavo. Metoda ustreza namenu, če je dovolj specifična, občutljiva in če so rezultati, ki jih da, ponovljivi in pravilni. S postopkom validacije analizne metode preverimo, če ti parametri ustrezajo vnaprej izbranim kriterijem. Ustreznost uporabe in izvedbe metode za analizo določene spojine, laboratoriji dokazujejo tudi z udeležbo v medlaboratorijskih primerjalnih preskusih in primerjavo analiznih rezultatov z drugimi laboratoriji^{5,6,7}.

Preskušanje snovi z omejitvijo

Snovi, ki se v kozmetičnih izdelkih lahko uporabljajo, če njihova koncentracija ne presega predpisane najvišje dovoljene koncentracije in izpolnjujejo zahteve glede področja uporabe ter glede navedb posebnih opozoril v navodilih, so **oksidativna barvila** in druge aktivne spojine v barvah za lase (vodikov peroksid, amoniak...), **aktivne spojine** v sredstvih za ravnanje in kodranje las in depilacijo (hidroksidi, tioglikolati), v zobnih pastah (fluoridi) in druge. Analizne metode za določevanje teh spojin so tekočinska kromatografija z UV detekcijo (npr. barvila za lase, tioglikolati), ionska kromatografija (tioglikolna kislina), volumetrične metode (npr. amoniak), fluoridi se določajo s potenciometrično metodo ali s plinsko kromatografijo.

Pri **alergenih dišavah** ni omejitve koncentracij v izdelkih, ampak je njihovo prisotnost treba navajati v deklaraciji, če koncentracija posamezne spojine presega določeno vrednost, zato, ker so sestavine dišav v kozmetičnih izdelkih zelo pogosti povzročitelj alergičnih reakcij. Dišave s katerimi so kozmetični izdelki odišavljeni so sestavine eteričnih olj pridobljenih iz rastlinskih ekstraktov ali so sintetično pridobljene. Za določitev hlapnih alergenov se uporablja plinska kromatografija z masno spektrometrično detekcijo. Ker so alergeni kemijsko zelo različne spojine (spadajo v skupino alkoholov, alkanov, estrov, aldehydov...), je priprava vzorca zahtevna, predvsem pri kremah, ki vsebujejo maščobe, pri katerih se lahko pojavijo interference pri plinsko kromatografski določitvi. Učinkovita metoda priprave vzorca je gelska kromatografija, uporablja se tudi (mikro) destilacija ali simultana destilacija in ekstrakcija.

Konzervansi so spojine, ki preprečujejo razvoj mikroorganizmov oziroma ščitijo pred mikrobiološko kontaminacijo in imajo omejene najvišje dovoljene koncentracije. Za preskušanje konzervansov se v večini uporablja tekočinska kromatografija z različnimi vrstami detektorjev, kot so UV detektor (z nizom

diod), masno spektrometrični detektor, redkeje elektrometrični detektor. Kozmetične izdelke se ekstrahira z mešanico organsko topilo-voda pri povišani temperaturi in se nato izvede instrumentalna določitev. Metoda, ki jo uporabljamo za določevanje 2-fenoksietanola in estrov p-hidroksibenzojske kisline (parabenov) uporablja ekstrakcijo vzorca z mešanico etanol/voda in določitev na tekočinskem kromatografu z UV detektorjem z nizom diod. Tekočinsko kromatografijo z UV detektorjem z nizom diod uporabljamo tudi za določitev sorbinske in benzojske kisline in njunih soli, za zmes metil- in klorometil izotiazolinona (bolj poznano s komercialnim imenom katon) in triklosana. Za določanje jodopropinilbutilkarbamata in metildibromoglutaronitrila se uporablja tekočinska kromatografija z masno spektrometričnim detektorjem po ekstrakciji vzorca z mešanico metanola in razredčene očetne kisline pri povišani temperaturi. Formadehid se kot konzervans v kozmetičnih izdelkih redko uporablja, pogosto pa se uporabljajo konzervansi, iz katerih se formaldehid sprošča (hidroliza v vodnem mediju). Metoda za določanje formaldehida vključuje derivatizacijo in tekočinsko kromatografsko določitev z UV detekcijo. Z namenom čim hitrejše določitve večjega števila spojin so razvili t.i. multi-metode, s katerimi se določa več skupin konzervansov z eno metodo.



Slika 2. Tekočinski kromatograf z masno spektrometričnim detektorjem

UV filtri so spojine, ki se uporabljajo za zaščito kože pred škodljivimi učinki sončnega sevanja. Aktivne spojine lahko UV žarke absorbirajo ali odbijajo in so v večini organske spojine, ki se razlikujejo glede na spektralno območje, v katerem delujejo in po polarnosti. Za analizo UV filtrov v kozmetičnih izdelkih je zaradi razlik v polarnosti teh spojin pri pripravi vzorcev potrebno uporabiti različne ekstrakcijske postopke, za končno določitev se uporabi tekočinski kromatograf z UV detektorjem z nizom diod.

Za analizo **barvil** v kozmetičnih izdelkih se uporablja tekočinska kromatografija z UV detekcijo. Priprava vzorcev pred kromatografsko določitvijo je odvisna od matriksa; za enostavnejše matrikse npr. tonik za kožo, ustna voda, priprava vzorcev zajema le filtracijo (lahko še koncentriranje vzorca), za zahtevnejše matrikse kot so šminke, laki za nohte, kreme se uporablja ekstrakcija na trdni fazi. Separacija na tekočinskem kromatografu poteka z metodo tvorbe ionskih parov.

Preskušanje sončnega zaščitnega faktorja

Pri izdelkih za zaščito pred soncem je pomembno preveriti dejansko učinkovitost UV zaščite. Najbolj točne rezultate dajejo UV *in vivo* metode^{8,9,10}. Vendar se zaradi etičnih razlogov ter časovne zahtevnosti in visoke cene tovrstnega preskušanja uporabljajo tudi *in vitro*¹¹ metode pri katerih s spektrofotometrično meritvijo in z izračunom pri katerem se upošteva spekter sevanja sonca in referenčni UV spekter, ki povzroča nastanek rdečine na koži ali z izračunom na osnovi empiričnega modela ocenimo zaščitni faktor izdelka.

Preskušanje prepovedanih snovi

V nekaterih primerih se izdelkom nelegalno namerno dodajo prepovedane spojine zaradi njihovih učinkov npr. hidrokinon etri za belilni učinek (izdelki ponavadi izvirajo iz neevropskih trgov), hormoni v sredstvih proti prhljaju, formaldehid v sredstvih za ravnanje las. Prepovedane snovi so lahko tudi nečistoče sestavin izdelka npr. težke kovine ali pa nastanejo iz nečistoč dovojenih sestavin izdelka pod določenimi pogoji (npr. N-nitrozamini).

Za določanje **hidrokinona** in **hormonov** se uporablja metoda tekočinske kromatografije z različnimi detektorji. **Težke kovine** npr. svinec, kadmij, krom, arzen...se določa s tehniko induktivno sklopljene plazme z masno spektrometrijo po razklopu vzorca.

N-nitrozamini lahko nastanejo v izdelkih, ki vsebujejo sekundarne amine ali derivate sekundarnih aminov (npr. spojine dietanolamina z maščobnimi kislinami), ki reagirajo z nitrozirajočimi spojinami. Te so lahko sestavine kozmetičnih izdelkov npr. bronopol, bronidoks ali kontaminanti (natrijev nitrit). Standardna metoda za določanje nitrozaminov uporablja tehniko tekočinske kromatografije z masno spektrometrično detekcijo po čiščenju vzorca z ekstrakcijo na trdni fazi ali z ekstrakcijo tekoče – tekoče. Po drugi standardni metodi se za določitev nitrozaminov uporablja tekočinska kromatografija s fotolizo in derivatizacijo^{12,13}. Pri preskusni metodi, ki smo jo razvili v laboratoriju za predmete splošne uporabe Inštituta za varovanje zdravja, uporabljamo za čiščenje vzorca velikostno izključitveno (gelsko) kromatografijo, sledi derivatizacija in določitev hlapnega derivata nitrozamina na plinskem kromatografu z masno spektrometrično detekcijo.

Uporaba nekaterih **estrov ftalne kisline** (dibutil ftalata, bis(2-etilheksil)ftalata, benzil butil ftalata) je v kozmetičnih izdelkih prepovedana. Kljub temu so dibutil ftalat v zadnjem času večkrat našli v lakih za nohte. Za analizo ftalatov se uporablja plinska kromatografija z masno selektivno detekcijo ali tekočinska kromatografija z UV detekcijo.

Mikrobiološke preiskave

Kozmetični izdelki, ki so kontaminirani z mikroorganizmi, ali vsebujejo izločke mikroorganizmov, so lahko škodljivi za zdravje ljudi, lahko pa povzročijo kvarjenje izdelkov. V kozmetičnih izdelkih se preiskuje kontaminacija s mikroorganizmi: **Pseudomonas aeruginosa**, **Staphylococcus aureus**, **Candida albicans** in prisotnost povečanega **skupnega števila mikroorganizmov** (ki kaže na higiensko neustreznost kozmetičnega izdelka)^{14, 15, 16, 17}. S **testi učinkovitosti** se ugotavlja ali vzorci res baktericidno delujejo, kot je zapisano v njihovi deklaraciji¹⁸.

Izmenjava informacij o preskušanju

Število spojin, za katere zakonodaja določa zahteve je veliko (več kot 1500), uradnih oziroma preverjenih analiznih metod za preverjanje teh spojin je malo, zato je nujna izmenjava informacij, znanja in virov med laboratoriji, ki se ukvarjajo s tovrstno analitiko. Pri Svetu Evrope, na Direktoratu za kakovost zdravil, je bila zato ustanovljena skupina za kozmetiko, v okviru katere je osnovana mreža uradnih laboratorijev za analizo kozmetičnih izdelkov. Sodelujoči laboratoriji izmenjujejo izkušnje v zvezi z analitiko kozmetičnih izdelkov, sodelujejo v medlaboratorijskih preskusih, ki jih Svet Evrope organizira, sodelujejo v razvoju analitskih metod, se dogovarjajo o usklajenem nadzoru nad določenimi skupinami izdelkov in se povezujejo z drugimi evropskimi institucijami, ki so dejavne na področju analitike kozmetičnih izdelkov. V okviru Evropske komisije deluje skupina PEMSAC (Platform of European Market Surveillance Authorities for Cosmetics)¹⁹, ki ima dve področji delovanja: nadzor kozmetičnih izdelkov in analizne metode. Sodelovanje med omenjenimi skupinami je zelo pomembno za učinkovit nadzor podprt z zanesljivimi rezultati preskušanja kozmetičnih izdelkov.

Zaključek

Preskušanje kozmetičnih izdelkov je zelo zahtevno. Uporabljajo se različne metode priprave vzorcev in sofisticirane analitske tehnike. Na voljo je malo standardnih metod. Ustreznost uporabe in izvedbe metod laboratoriji dokazujejo z validacijo metod in udeležbo v medlaboratorijskih primerjalnih preskusih ter primerjavo rezultatov z drugimi laboratoriji. Izmenjava informacij med laboratoriji je zelo pomembna.

Reference

1. UREDBA (ES) št. 1223/2009 EVROPSKEGA PARLAMENTA IN SVETA z dne 30. novembra 2009 o kozmetičnih izdelkih
2. <http://www.sist.si/>
3. Pravilnik o načinu vzorčenja in metodah za laboratorijske analize kozmetičnih proizvodov (Ur.l. RS 20/01 s popravki)
4. http://europa.eu/legislation_summaries/consumers/consumer_safety/l21192_en.htm
5. <http://www.dla-lvu.de/>
6. <http://www.lgcstandards.com/epages/LGC.sf>
7. <http://www.vwa.nl/onderwerpen/werkwijze-plant/dossier/chek/proficiency-studies>
8. COLIPA – The European Cosmetic, Toiletry and Perfumery Association, ; CTFA-SA, Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association of South Africa; JCIA – Japan Cosmetic Industry Association, 2006
9. SIST EN ISO 24442:2012
10. SIST EN ISO 24444 :2011
11. SIST EN ISO 24443 :2012
12. SIST ISO 15819 :2009
13. SIST ISO 10130 :2010
14. SIST ISO 22717: 2009
15. SIST ISO 22718:2009
16. SIST ISO 18416:2009
17. SIST ISO 21149:2009
18. SIST EN 1040:2006
19. http://ec.europa.eu/consumers/sectors/cosmetics/cooperation-trade/eu-level/index_en.htm

POGOJI UPORABE

AVTORSKE PRAVICE

Fotokopiranje, fotografiranje, snemanje ali javno širjenje vsebine te publikacije ni dovoljeno brez predhodnega pisnega dovoljenja družbe RES - PONS d.o.o.

Vsak prispevek je zaščiten z avtorskimi pravicami v skladu s slovensko zakonodajo.

IZJAVA O OMEJITVI ODGOVORNOSTI

Vsi uporabniki vso objavljeno vsebino uporabljajo na lastno odgovornost. Izdajatelj tega zbornika ne odgovarja za nikakršno posredno, neposredno, posebno ali slučajno škodo, ki bi zaradi kakršnegakoli *razloga* nastala zaradi uporabe te vsebine. Izdajatelj zbornika ne prevzema odgovornosti za kakršnokoli težavo, do katere bi prišlo z uporabo gradiva.

Informacije, zbrane v tem gradivu, so informativne narave in ne smejo biti podlaga za odločanje.

RES - PONS d.o.o. in avtorji prispevkov ali njegovi dobavitelji v nobenem primeru ne prevzemajo odgovornosti za kakršno koli neposredno, posredno, posledično ali kakršno koli drugo škodo (vključno s škodo zaradi izgube uporabnosti, podatkov ali dobička), ki izhaja ali je v kakršni koli povezavi z uporabo ali nezmožnostjo uporabe tega gradiva.

NEODVISNOST INFORMACIJ

Informacije v tej publikaciji ne odražajo nujno tudi mnenja podjetja RES - PONS ali katere koli izmed njegovih tržnih znamk. Tudi predlogi in nasveti, osnovani na podlagi te publikacije, ne smejo botrovati profesionalnemu nasvetu. Uporabnik je sam odgovoren za preverjanje točnosti in relevantnosti informacij in mnenj, preden jih uporablja kot dejstva.

SPLOŠNO

Ti pogoji uporabe so vezani na zakone Republike Slovenije. Za reševanje vseh sporov in nesporazumov v zvezi z blagovno znamko COVIRIAS, za katere so že bile izčrpane vse ostale zunajsodne možnosti sporazuma, je pristojno okrožno sodišče v Ljubljani.

RES - PONS d.o.o.