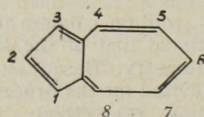


Azulén meghatározás kozmetikai készítményekben

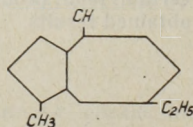
LŐRÁNT BÉLA és NÁDORI PÁLNÉ
Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1965. január 6.

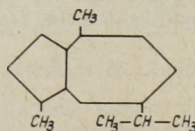
A kamilla (*Matricaria Chamomilla*) illóolaját már évszázadokkal ezelőtt előállították, azóta ismert az illóolaj kék színe. A múlt században a kék színt okozó komponenst izolálták, a vizsgálatok szerint szénhidrogénnek bizonyult. Szerkezetét azonban csak a 20. század huszas éveiben kezdték el kutatni, megállapították kettős gyűrűrendszerét, egyikük ciklopentán, a másik cikloheptán, két közös szénatom kapcsolja őket össze egy gyűrűrendszerbe:



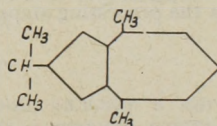
Ez a tulajdonképpeni azulén, amelynek a következő származékai ismertebbek:



1,4 dimetil-7 etil-
azulén,
kamazulén



1,4 dimetil, 7 izopropil-
azulén,
gvajazulén



2 izopropil, -4,8
dimetilazulén
vetivazulén

A kamazulén a kamilla olaj alkotórésze, s mint ilyen okozza a kamilla virág, illetve az illóolajának a gyógyítóhatását. Érthető ezek után, ha ipari előállítására is törekedtek, hogy ezt a hatást pontosabb adagolással előnyösen kihasználják. Ezt a törekvést siker koronázta, de a technológiai okok miatt csak a gvajazulént állítják elő ipari méretekben. 30–31 °C-on olvadó kékesfejekete kristályokat alkot, e hőmérséklet felett sötétkék folyadék. A szokásos oldószerekben jól, 96%-os alkoholban csak nehezen, vízben gyakorlatilag nem oldódik.

Az azulén gyógyítóhatását egy, az irodalomból vett példával támaszthatjuk alá (1.). A jó kamilla illóolajtartalma cca 0,5%, azaz 200 kg kamillavirág ad 1 kg olajat, s ennek azuléntartalma kb 40 g. Így 10 g azulén gyógyító hatása 50 kg kamillavirágénak felel meg. Érthető tehát, ha nemcsak a gyógyszerészatban, hanem a kozmetikai iparban egyre több gyártmány tartalmaz azulént. Főleg a gyulladáscsökkentő és gátló hatása miatt alkalmazzák erre a célra, tehát nem-

csak a bántalmat csökkentő, hanem megelőző célra is. Így kerül bele fogkrémekbe, amelyeknek a fognyire való jó hatását megállapították. Bár a napozókrémek fényvédőanyagot tartalmaznak, s ennek következtében a nap nem tudja égető hatását a bőrre kifejteni, mégis célszerűen tesznek a napozó krémekbe azulént, hogy az esetleges ultraibolya sugárirritációt megakadályozzák. A baba-krémekben és olajokban épp így indokolt az alkalmazása, mert a csecsemők érzékeny bőrét védi a csecsemőknél oly gyakori, s csak hosszas kezelés után elmúló, vörös bőrszint okozó gyulladástól.

A felhasználásra kerülő mennyiség általában 0,01–0,02%, ez a készítményt halványkék színűre festi. Ha a készítmény sárga, vagy barna komponenszt tartalmaz, a kék szín zöldeskébe csap át. Előfordulhat azonban, hogy a sárga komponens távollétében is zöld színű a készítmény, ha az azulén tartalom hosszabb ideig érintkezett a levegő oxigénjével. Ez a gyógyító hatást nem befolyásolja.

Nyilvánvaló ezek után, ha olyan kozmetikai készítménynél, amelyik azulén tartalmú, a nyugtató hatása és az aránylag nagy ára miatt az azulént a fontos nyersanyagok közé sorolják, ennek következtében pedig a meghatározása is indokolt. Tekintettel arra, hogy az azulén mennyisége a kozmetikai készítményekben kicsi, megfelelőnek tartottuk a 10% rel. hibával dolgozó módszert. Erre a célra alkalmasnak kínálkozott a kamillaolaj magyar szabványelőírása, (MSz 9262). – Ez azon alapszik, hogy megméri a kamillaolaj extinkcióját „S 61” jelű üveggel a Pulfrich fotométerrel és a tiszta azulénnal felvett diaram segítségével azonnal leolvasható az illóolaj azuléntartalma g-ban, illetve százalékban. Ez a módszer azonban kamilla olajra vonatkozott, a mi céljainkra viszont azuléntartalmú krémek, folyékony emulziók állottak a rendelkezésünkre. Ezek közvetlen mérésre alkalmatlanok voltak, kivéve a tisztán azulénból és parafinolajból álló készítményt. A megoldást az azulén oldószeres oldatba való vitele jelentette, oldószerül petrolétert használtunk. Az emulziók oldatba való vitele közvetlenül nehezen sikerül, el kellett tehát különítenünk az emulziók zsíros fázisát a vízesőtől. Az emulziók összes zsirtartalmának a meghatározására több előírás szolgál ugyan, pl. az emulzió savval, vagy nátriumszulfáttal való forralása által, de így gyakran még hosszú forralás után sem tökéletes az elválasztás, így a választótölcsérben még időrablóbbá válik a zsíros fázis oldószeres kirázása. Ezért a következő fogáshoz folyamodtunk. Ismert tény, hogy a vízmentes nátriumszulfát a vizet másodpercek alatt megköti, ha mennyisége kevesebb, mint ami az összes kristályvíztartalmának megfelel. Ezt a tulajdonságot használtuk fel az emulzióknál. A folyékony emulzió a víztartalma alapján számított és erre még 50% feleslegben alkalmazott vízmentes nátriumszulfáttal azonnal szilárd kristálytömeget alkotott, a krémszerű emulziók csak néhány perces keverés után. Ezt viszont úgy segítettük elő, hogy a krémet előbb enyhe melegítéssel megfolyósítottuk, így a megszilárdulás gyorsan végbement. A kapott kristályos -zsíros tömegből üvegbottal való nyomkodás közben a petroléter percek alatt kioldotta a zavart nem okozó zsirtartalommal együtt az azulén zömét, majd ismételt adagolással gyakorlatilag a teljes mennyiséget. Az oldatokat mérőlombikban egyesítve és jelig töltve, egy aliquot részből meghatároztuk az oldat extinkcióját. Egy teljes meghatározás ideje 20 perc sorozatban még kevesebb.

A meghatározásoknál nyert értékek a megkívánt 10% relatív hibán belül maradtak, s ezt kielégítőnek tartottuk, főként, ha azt is figyelembevettük, hogy az azulén kis mennyisége miatt még akkor is előfordulhat ilyen hiba inhomogenitás következtében, ha egyébként jól eldolgozták a krémet, s ha valóban a receptúra szerint előírt mennyiséget keverték bele. Kisebb mérvű elmérés ezt a hibát még fokozhatja. Eredményeink értékelésénél azonban feltételeztük, hogy a készítmény mindig az előírt mennyiséget tartalmazza.

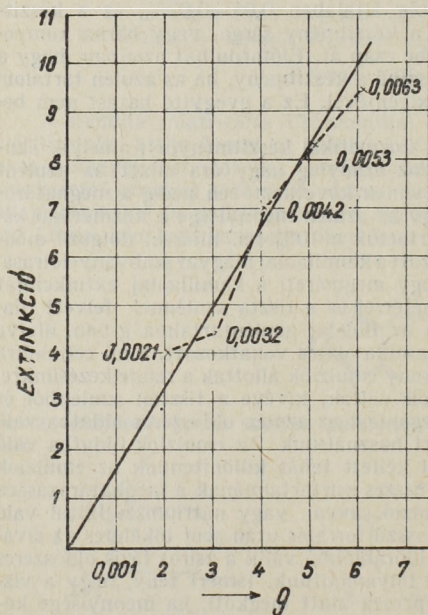
A meghatározás kivitelezése:

Szükséges vegyszerek és eszközök:

1. Erlenmeyer lombik, üvegtölcsér, mérőlombik, (100 ml), Pulfrich fotomé-
méter.

2. Petroléter p. a.,

3. Nátriumsulfát p. a.



1. ábra

jük a Pulfrich fotométer „S 61” jelű üveg szűrőjével és az 1. sz. ábrán közölt grafikonról leolvassuk a megfelelő azuléntartalmat, ezt tizzel szorozva a készítmény azuléntartalmát nyerjük.

A grafikonon az egyenes melletti értékek az azulénnal készített oldat extinkciós adatai. Látható, hogy a szabvány által közölt grafikon egyenese megfelel az ellenőrző mérések-petroléteres azulénoldat-középtértékének.

Teljesség kedvéért közöljük az alábbi adatokat a kb. 0,01% azuléntartalommal megadott készítmények vizsgálatából:

azulénés babaolaj megadott érték	0,004%	talált érték	0,0042%
” babakrém	”	”	0,01%
” napozókrém	”	”	0,012%

A készítményt, ha folyékony és átlátszó, azonnal felhasználhatjuk a mérésre. Emulzió esetén 10 g-ot 0,01 g pontossággal lemérünk egy 100 ml-s Erlenmeyer, vagy Philips pohárba. A várható víztartalom plusz 50%-nyi nátriumsulfátot egy üvegbottal hozzákeverjük, eközben az emulzió kristálytömeggé dermed. Krémek esetén a lemért anyagot előbb enyhén megmelegítjük, s csak a megfolyósodott krémhez keverjük hozzá a sót. A nyert megmerevedett kristálytömeget a lombikban üvegbottal szétnyomkodjuk, hogy az oldószer könnyebben átjárhassa, majd 30 ml petrolétert öntünk rá és elkeverjük az anyaggal. Az oldás megtörténteig, kb 1 percre állni hagyjuk, s az oldat tisztáját a mérőlombikba öntjük. Az oldást tökéletesebbé tesszük újabb háromszor 20–20 ml petroléterrel; a nyert oldatokat a lombikban egyesítjük és azt az oldószerezrel jelég töltjük. Egyenlősítés után a világoskék, esetleg zöldes árnyalatú oldat extinkcióját megmér-

IRODALOM

(1) Dragoco Berichte, 1957., 8., 127.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗУЛЕНА В КОСМЕТИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЯХ

Б. Лорант и П. Надори

Авторы разработали метод определения азулена в косметических изделиях на фотометре Пульфриха. Определением оптической плотности на калибровочной кривой непосредственно можно установить процентное содержание азулена. Прозрачные изделия можно непосредственно применить для измерения, а эмульсии необходимо разрушать безводным сульфатом натрия, потом изготавливается раствор петролевым эфиром для определения азулена.

Разработанным методом можно определить азулен в косметических продуктах с достаточной точностью.

BESTIMMUNG VON AZULEN IN KOSMETISCHEN ERZEUGNISSEN

B. Lóránt und P. Nádori

In der Arbeit wird die Bestimmung des Azulens mit dem Pulfrich Photometer beschrieben. Nach Feststellung der Extinktion gibt ein Graphikon sofort den prozentuellen Wirkstoffgehalt an. Ein durchsichtiges Präparat kann zur Messung unmittelbar verwendet werden, Emulsionen müssen erst mit wasserfreiem Natriumsulfat behandelt werden, hernach gelangt die mit Petroläther verfertigte Lösung – dieselbe enthält das Azulen – zur Prüfung. Die beschriebene Methode gibt bei kosmetischen Erzeugnissen hinreichend genaue Resultate.

DETERMINATION OF AZULENE IN COSMETIC PREPARATIONS

B. Lóránt and P. Nádori

The determination of azulene in cosmetic preparations with the Pulfrich photometer is described. After measuring the extinction value, the percentage of active ingredient can immediately be read from a previously plotted graph. Transparent preparations can directly be used for measurement. In the case of emulsions, they are to be decomposed with anhydrous sodium sulphate, and extracted with petrolether. Azulene is subsequently determined in the petrolether extract.

By the described method, azulene contents can be determined with an accuracy which satisfies the requirements in the case of cosmetic preparations.

DOSAGE DE L'AZULINE DANS LES PRÉPARATIONS COSMÉTIQUES

B. Lóránt et P. Nádori

L'article décrit le dosage de l'azuline dans les préparations cosmétiques par le photomètre de Pulfrich. Après la détermination de l'extinction l'on obtient immédiatement la teneur en pourcent de la matière active à l'acide d'un graphique préalablement établi. Les préparations transparentes peuvent être employées directement pour le dosage; les emulsions doivent être d'abord décomposées avec du sulfate de sodium anhydre, puis on dose l'azuline dans la solution à l'éther de pétrole. La méthode décrite donne des résultats satisfaisants avec les préparations cosmétiques.