

Art. 5. Notre Ministre des Affaires sociales et Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 15 juillet 1991.

**BAUDOUIN**

Par le Roi :  
Le Ministre des Affaires sociales,  
Ph. BUSQUIN  
Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique,  
R. DELIZEE

Art. 5. Onze Minister van Sociale Zaken en Onze Staatssecretaris van Volksgezondheid zijn, ieder wat hem betreft, belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 15 juli 1991.

**BOUDEWIJN**

Van Koningswege :  
De Minister van Sociale Zaken,  
Ph. BUSQUIN  
De Staatssecretaris voor Volksgezondheid;  
R. DELIZEE

F. 91 — 3365

16 SEPTEMBRE 1991. — Arrêté royal modifiant l'arrêté royal du 19 février 1985 relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques

BAUDOUIN, Roi des Belges,

A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 24 janvier 1977 relative à la protection de la santé des consommateurs en ce qui concerne les denrées alimentaires et les autres produits, modifiée par la loi du 22 mars 1989, notamment les articles 12 et 21, 4°;

Considérant la directive de la Commission des Communautés européennes 90/207/CEE du 4 avril 1990 modifiant la deuxième directive 82/434/CEE concernant le rapprochement des législations des Etats membres relatives aux méthodes d'analyse nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques;

Vu l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques, modifié par les arrêtés royaux du 19 février 1985 et du 5 décembre 1990;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1er, modifié par les lois des 9 août 1980, 16 juin 1989 et 4 juillet 1989;

Vu l'urgence;

Considérant que l'urgence se justifie par un délai d'application qui est impératif;

Sur la proposition de Notre Ministre des Affaires sociales et de Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1er. La méthode d'analyse reprise à l'annexe de l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaire au contrôle de la composition des produits cosmétiques sous le n° « X. » et intitulée « Identification et dosage du formaldéhyde libre » est remplacée par les dispositions prévues à l'annexe du présent arrêté.

Art. 2. Notre Ministre des Affaires sociales et Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 16 septembre 1991.

**BAUDOUIN**

Par le Roi :  
Le Ministre des Affaires sociales,  
Ph. BUSQUIN  
Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique,  
R. DELIZEE

N. 91 — 3365

16 SEPTEMBER 1991. — Koninklijk besluit tot wijziging van het koninklijk besluit van 19 februari 1985 betreffende referentieanalysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren

BOUDEWIJN, Koning der Belgen,

Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

Gelet op de wet van 24 januari 1977 betreffende de bescherming van de gezondheid van de verbruikers op het stuk van de voedingsmiddelen en andere produkten, gewijzigd door de wet van 22 maart 1989, inzonderheid op de artikelen 12 en 21, 4°;

Gelet op de richtlijn van de Commissie van de Europese Gemeenschappen 90/207/EEG van 4 april 1990 tot wijziging van de tweede richtlijn 82/434/EEG betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der lid-Staten inzake analyse methoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren;

Gelet op het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende referentieanalysemethoden, die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren, gewijzigd door de koninklijke besluiten van 19 februari 1985 en 5 december 1990;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, gewijzigd door de wetten van 9 augustus 1980, 16 juni 1989 en 4 juli 1989;

Gelet op de dringende noodzaak;

Overwegende dat de hoogdringendheid verantwoord is door de toepassingstermijn welke dwingend is;

Op de voordracht van Onze Minister van Sociale Zaken en van Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. De analysemethode die in de bijlage van het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende referentieanalysemethoden, die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren onder nr. « X. » opgenomen is met als opschrift « De identificatie en bepaling van vrij formaldehyde » wordt door de bepalingen opgenomen in dit besluit vervangen.

Art. 2. Onze Minister van Sociale Zaken en Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid zijn, ieder wat hem betreft, belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 16 september 1991.

**BOUDEWIJN**

Van Koningswege :  
De Minister van Sociale Zaken,  
Ph. BUSQUIN  
De Staatssecretaris voor Volksgezondheid,  
R. DELIZEE

## Annexe

## \* X. Identification et dosage du formaldéhyde libre

1. **Objet et champ d'application**  
La méthode comporte une identification et deux dosages selon la présence ou non de donneurs de formaldéhyde. Elle est applicable à tous les produits cosmétiques.
- 1.1. **Identification**
- 1.2. **Dosage global par colorimétrie à l'acétylacétone**  
Cette méthode s'applique lorsque le formaldéhyde est utilisé seul ou avec d'autres conservateurs non donneurs de formaldéhyde.  
Dans le cas contraire, et si le résultat dépasse la concentration maximale autorisée dans le produit fini, on utilise la méthode de confirmation suivante.
- 1.3. **Dosage en présence de donneurs de formaldéhyde :**  
Dans la méthode précédente, lors de la dérivation, les donneurs de formaldéhyde sont clivés et conduisent à des résultats trop élevés (formaldéhyde libre et combiné).  
Il est impératif de séparer le formaldéhyde libre par une chromatographie liquide.
2. **Définition**  
La teneur de l'échantillon en formaldéhyde libre déterminée selon cette méthode est exprimée en pourcentage de la masse de formaldéhyde.
3. **Identification**
  - 3.1. **Principe**  
Le formaldéhyde libre et combiné donne, en milieu sulfurique, une coloration rose ou mauve en présence du réactif de Schiff.
  - 3.2. **Réactifs**  
Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau doit être déminéralisée.
    - 3.2.1. Fuchsine
    - 3.2.2. Sulfite de sodium hydraté à 7 H<sub>2</sub>O
    - 3.2.3. Acide chlorhydrique concentré (d = 1,19)
    - 3.2.4. Acide sulfurique environ 1 M
    - 3.2.5. **Réactif de Schiff**  
Dans un bécher, peser 100 mg de fuchsine (point 3.2.1); les dissoudre dans 75 ml d'eau à 80° C; après refroidissement, ajouter 2,5 g de sulfite de sodium (point 3.2.2.) et 1,5 ml d'acide chlorhydrique (point 3.2.3.); compléter à 100 ml; durée de conservation : 2 semaines
  - 3.3. **Mode opératoire**
    - 3.3.1. Dans un bécher de 10 ml, introduire environ 2 g d'échantillon.
    - 3.3.2. Ajouter 2 gouttes de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (point 3.2.4.) et 2 ml de réactif de Schiff (point 3.2.5.). Ce réactif doit être rigoureusement incolore au moment de l'emploi.  
Agiter, laisser en contact 5 mn.
    - 3.3.3. Si, dans les 5 mn, une coloration rose ou mauve est observée, la quantité de formaldéhyde présente est supérieure à 0,01 %.  
Procéder alors au dosage du formaldéhyde libre et combiné selon le point 4 et, si nécessaire le point 5.
4. **Dosage global par colorimétrie à l'acétylacétone**
  - 4.1. **Principe**  
Le formaldéhyde réagit avec l'acétylacétone en présence d'acétate d'ammonium pour former le 3-5 diacétyl-1-4-dihydrolutidine. Celui est extrait avec le butanol-1. L'absorbance de l'extrait est mesurée à 410 nm.
  - 4.2. **Réactifs**  
Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau doit être déminéralisée.
    - 4.2.1. Acétate d'ammonium anhydre
    - 4.2.2. Acide acétique concentré d<sup>20</sup><sub>4</sub> = 1,05
    - 4.2.3. Acétylacétone fraîchement distillée sous pression réduite 25 mm Hg 25° et ne devant présenter aucune absorption à 410 nm.
    - 4.2.4. Butanol-1
    - 4.2.5. Acide chlorhydrique 1 M
    - 4.2.6. Acide chlorhydrique environ 0,1 M
    - 4.2.7. Hydroxyde de sodium 1 M
    - 4.2.8. Empois d'amidon fraîchement préparé selon la pharmacopée européenne (1 g/50 ml d'eau) (2<sup>e</sup> édition 1980, partie I-VII-1-III)
    - 4.2.9. Formaldéhyde à 37-40 %
    - 4.2.10. Solution titrée d'iode 0,05 M
    - 4.2.11. Solution titrée de thiosulfate de sodium 0,1 M

- 4.2.12. *Réactif à l'acétylacétone*  
Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre :  
— 150 g d'acétate d'ammonium (point 4.2.1);  
— 2 ml d'acétylacétone (point 4.2.3);  
— 3 ml d'acide acétique (point 4.2.2).  
Compléter à 1 000 ml avec de l'eau (pH de la solution environ 6,4).  
Ce réactif doit être fraîchement préparé.
- 4.2.13. Réactif (point 4.2.12) sans acétylacétone
- 4.2.14. *Formaldéhyde étalon : solution mère*  
Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 5 g de formaldéhyde (point 4.2.9) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.  
Détermination du titre de la solution mère.  
Prélever 10,00 ml, ajouter 25,00 ml de solution titrée d'iode (point 4.2.10) et 10 ml de solution hydroxyde de sodium (point 4.2.7).  
Laisser reposer 5 mn.  
Acidifier par 11 ml d'HCl (point 4.2.5) et doser l'iode en excès par une solution titrée de thiosulfate de sodium (point 4.2.11) en présence d'empois d'amidon comme indicateur.  
1 ml de solution d'iode (point 4.2.10) consommé correspond à 1,5 mg de formaldéhyde.
- 4.2.15. *Formaldéhyde étalon : solution diluée*  
Réaliser successivement une dilution au 1/20 puis une dilution au 1/100 de la solution mère dans l'eau  
1 ml de cette solution contient environ 1 µg de formaldéhyde.  
Calculer sa teneur exacte.
- 4.3. Appareillage
- 4.3.1. Matériel courant de laboratoire
- 4.3.2. Filtre « séparateur de phase » réf. Whatman 1 PS (ou équivalent)
- 4.3.3. Centrifugeuse
- 4.3.4. Bain-marie réglé à 60 °C
- 4.3.5. Spectrophotomètre
- 4.3.6. Cuves de verre de 1 cm de parcours optique
- 4.4. Mode opératoire
- 4.4.1. *Solution échantillon*  
Dans une fiole jaugée de 100 ml, peser à 0,001 g près une masse d'échantillon pour essai (en G) correspondant à une quantité présumée de formaldéhyde d'environ 150 µg.  
Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger (solution S).  
[vérifier que le pH est voisin de 6, sinon effectuer la dilution dans la solution d'acide chlorhydrique (point 4.2.6)]  
Dans une fiole conique de 50 ml, ajouter :  
— 10,00 ml de solution S,  
— 5,00 ml de réactif à l'acétylacétone (point 4.2.12) et de l'eau pour obtenir un volume de 30 ml.
- 4.4.2. *Solution témoin*  
L'interférence éventuelle d'une coloration de fond dans l'échantillon pour essai est éliminée de la matière suivante :  
Dans une fiole conique de 50 ml, ajouter :  
— 10,00 ml de solution S,  
— 5,00 ml du réactif (point 4.2.13) et de l'eau pour obtenir un volume de 30 ml.
- 4.4.3. *Essai à blanc*  
Dans une fiole conique de 50 ml, ajouter :  
5,00 ml de réactif à l'acétylacétone (point 4.2.12) et de l'eau pour obtenir un volume de 30 ml.
- 4.4.4. *Dosage*
- 4.4.4.1. Agiter les mélanges préparés aux points 4.4.1, 4.4.2 et 4.4.3. Immerger les fioles coniques dans un bain-marie à 60 °C pendant exactement 10 mn. Refroidir pendant 2 mn dans un bain d'eau glacée.
- 4.4.4.2. Transvaser dans une ampoule à décanter de 50 ml contenant exactement 10 ml de butanol-1 (point 4.2.4). Rincer avec 3 à 5 ml d'eau. Agiter fortement le mélange pendant 30 s exactement. Laisser décanter.
- 4.4.4.3. Filtrer la phase butanolique sur filtre « séparateur de phase » (point 4.3.2) dans les cuves de la mesure. Une centrifugation (3 000 G pendant 5 mn) est également utilisable.
- 4.4.4.4. Mesurer l'absorbance  $A_1$  à 410 nm de l'extrait de la solution échantillon obtenue au point 4.4.1 contre l'extrait de la solution témoin du point 4.4.2.
- 4.4.4.5. De la même façon, mesurer l'absorbance  $A_2$  de l'extrait de l'essai à blanc obtenu au point 4.4.3, contre du butanol-1.  
N.B. : Toutes ces opérations doivent être exécutées dans un délai de 25 mn à partir du moment où la fiole conique est placée dans le bain-marie à 60 °C.
- 4.4.5. *Courbe d'étalonnage*
- 4.4.5.1. Dans une fiole conique de 50 ml, introduire :  
— 5,00 ml de solution étalon diluée (point 4.2.15),  
— 5,00 ml de réactif à l'acétylacétone (point 4.2.12) et de l'eau pour obtenir un volume final de 30 ml.
- 4.4.5.2. Continuer selon les indications (point 4.4.4) et mesurer l'absorbance par rapport au butanol-1 (point 4.2.4).
- 4.4.5.3. Répéter le processus avec 10, 15, 20 et 25 ml de solution étalon diluée (point 4.2.15).

- 4.4.5.4. Pour obtenir la valeur du point 0 (correspondant à la coloration des réactifs) procéder comme au point 4.4.4.5.
- 4.4.5.5. Construire la courbe d'étalonnage après soustraction de la valeur du point 0 de chacune des absorbances obtenues aux points 4.4.5.1. et 4.4.5.3.  
La loi de Beer est respectée jusqu'à 30 µg de formaldéhyde.
- 4.5. Calculs
- 4.5.1. Soustraire  $A_2$  de  $A_1$  et lire sur la courbe d'étalonnage (point 4.4.5.5) la quantité C exprimée en microgrammes de formaldéhyde contenue dans la solution du point 4.4.1.
- 4.5.2. La teneur en formaldéhyde de l'échantillon (% m/m) est calculée selon la formule :
- $$\text{Formaldéhyde \%} = \frac{C}{10^3 \cdot m}$$
- où :
- m = masse en g de la prise d'essai.
- 4.6. Répétabilité (1)  
Pour une teneur en formaldéhyde de 0,2 %, la différence entre les résultats de 2 dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,005 % pour le dosage colorimétrique à l'acétylacétone.  
Si le dosage du formaldéhyde libre conduit à des résultats supérieurs à ceux prévus dans la directive 76/768/CEE, à savoir :
- a) compris entre 0,05 et 0,2 % sur produit non étiqueté;  
b) supérieurs à 0,2 % sur produit étiqueté ou non;  
il y a obligation d'opérer selon la méthode décrite au point 5.
5. Dosage en présence de donneurs de formaldéhyde
- 5.1. Principe  
Le formaldéhyde séparé est transformé en dérivé lutidinique jaune par réaction en ligne avec l'acétylacétone dans un réacteur postcolonne. Le dérivé formé est dosé par absorbance à 420 nm.
- 5.2. Réactifs  
Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau doit être déminéralisée.
- 5.2.1. Eau de qualité HPLC
- 5.2.2. Acétate d'ammonium anhydre
- 5.2.3. Acide acétique
- 5.2.4. Acétylacétone (conservée à 4 °C)
- 5.2.5. Phosphate disodique anhydre
- 5.2.6. Acide orthophosphorique à 85 % (d = 1,7)
- 5.2.7. Méthanol
- 5.2.8. Dichlorométhane
- 5.2.9. Formaldéhyde à 37-40 %
- 5.2.10. Hydroxyde de sodium 1 M
- 5.2.11. Acide chlorhydrique 1 M
- 5.2.12. Acide chlorhydrique 0,002 M
- 5.2.13. Empois d'amidon fraîchement préparé selon la pharmacopée européenne
- 5.2.14. Solution titrée d'iode 0,05 M
- 5.2.15. Solution titrée de thiosulfate de sodium 0,1 M
- 5.2.16. Phase mobile  
Solution aqueuse de phosphate disodique (point 5.2.5.) 0,006 M ajustée à pH 2,1 avec de l'acide orthophosphorique (point 5.2.6).
- 5.2.17. Réactif postcolonne  
Dissoudre dans une fiole jaugée de 1 000 ml :  
— 62,5 g d'acétate d'ammonium (point 5.2.2),  
— 7,5 ml d'acide acétique (point 5.2.3),  
5 ml d'acétylacétone (point 5.2.4).  
Compléter à 1 000 ml avec de l'eau (point 5.2.1).  
Maintenir ce réactif à l'abri de la lumière.  
Conservation au maximum 3 jours à 25 °C.  
On ne doit pas observer d'évolution de couleur.
- 5.2.18. Formaldéhyde étalon : solution mère  
Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 10 g de formaldéhyde (point 5.2.9) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.  
Détermination du titre de la solution mère : prélever 5,00 ml, ajouter 25,00 ml de la solution titrée d'iode (point 5.2.14) et 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium (point 5.2.10).  
Laisser reposer 5 mn. Acidifier par 11,00 ml D'HCl (point 5.2.11) et doser l'iode en excès par une solution titrée de thiosulfate de sodium (point 5.2.15) en présence d'empois d'amidon (point 5.2.13) comme indicateur.  
1 ml de solution d'iode (point 5.2.14) consommée correspond à 1,5 mg de formaldéhyde.
- 5.2.19. Formaldéhyde étalon : solution diluée  
Réaliser une dilution au 1/100 de la solution mère dans la phase mobile (point 5.2.16). 1 ml de cette solution contient environ 37 µg de formaldéhyde. Calculer sa teneur exacte.

- 5.3. Appareillage
- 5.3.1. Matériel courant de laboratoire
- 5.3.2. Une pompe HPLC sans pulsations
- 5.3.3. Une pompe basse pression sans pulsations pour le réactif (ou une deuxième pompe HPLC de mêmes caractéristiques que la première)
- 5.3.4. Une vanne d'injection munie d'une boucle de 10  $\mu$ l
- 5.3.5. Réacteur postcolonne comprenant les éléments suivants :
- + 1 ballon 3 tubulures de 1 l;
  - + 1 chauffe ballon de 1 l
  - + 2 colonnes Vigreux à 10 plateaux minimum (réfrigérant à air)
  - + tube inox (pour échange thermique) de 1,6 mm — diamètre intérieur : 0,23 mm — longueur : 400 mm
  - + tube Téflon de 1,6 mm — diamètre intérieur : 0,30 mm — longueur : 5 m tricotin (voir appendice 1)
  - + 1 T<sub>e</sub> sans volume mort (Valco ou équivalent)
  - + 3 raccords Union sans volume mort
- ou : un module postcolonne du type Applied Biosystems PCRS 520 ou équivalent muni d'un réacteur de 1 ml
- 5.3.6. Membrane filtrante 0,45  $\mu$
- 5.3.7. Cartouche SEP PAKR C<sub>18</sub> (ou équivalent)
- 5.3.8. Colonnes prêtes à l'emploi
- Bischoff hypersil RP 18 (type NC réf. C 25.46 1805)  
(5  $\mu$  — longueur = 250 mm — diam. int. = 4,6 mm)
  - ou Dupont, Zorbax ODS  
(5  $\mu$  — longueur = 250 mm — diam. int. = 4,6 mm)
  - ou Phase SEP, sphérisorb ODS 2  
(5  $\mu$  — longueur = 250 mm — diam. int. = 4,0 mm)
- 5.3.9. Précolonne  
Bischoff K<sub>1</sub> Hypersil RP 18 (réf. KL G 6301 1805) ou équivalente (5  $\mu$  — longueur = 10 mm)
- 5.3.10. La colonne et la précolonne sont connectées par un système Ecotube (réf. A 15020508 Bischoff) ou équivalent
- 5.3.11. Réaliser le montage (point 5.3.5.) selon le schéma de l'appendice 2.  
Les connexions après la valve d'injection doivent être les plus courtes possible.  
Dans ce cas, le tube inox placé entre la sortie du réacteur et l'entrée du détecteur a pour but de refroidir le mélange avant la détection et la température dans le détecteur n'est pas connue mais constante.
- 5.3.12. Détecteur UV-visible
- 5.3.13. Enregistreur
- 5.3.14. Centrifugeuse
- 5.3.15. Bain ultrasons
- 5.3.16. Agitateur vibrant (type Vortex ou équivalent)
- 5.4. Mode opératoire
- 5.4.1. Courbe d'étalonnage  
Elle est effectuée par la mesure de la hauteur des pics en fonction de la concentration.  
Les solutions standards sont préparées par dilution de la solution diluée de formaldéhyde étalon (point 5.2.19) avec la phase mobile (point 5.2.16).
- 1,00 ml de solution étalon (point 5.2.19) diluée à 20,00 ml (environ 185  $\mu$ g/100 ml),
  - 2,00 ml de solution étalon (point 5.2.19) diluée à 20,00 ml (environ 370  $\mu$ g/100 ml),
  - 5,00 ml de solution étalon (point 5.2.19) diluée à 25,00 ml (environ 740  $\mu$ g/100 ml),
  - 5,00 ml de solution étalon (point 5.2.19) diluée à 20,00 ml (environ 925  $\mu$ g/100 ml).
- Les solutions standards sont stockées pendant une heure à la température du laboratoire et doivent être fraîchement préparées.  
La linéarité de la courbe d'étalonnage est bonne pour des concentrations de 1,00 à 15,00  $\mu$ g/ml.
- 5.4.2. Préparation des échantillons
- 5.4.2.1. *Cas des émulsions* (crèmes, fonds de teint, eyeliners)  
Peser dans un flacon bouché de 100 ml, à 0,001 g près, une masse (m) d'échantillon (en g) correspondant à une quantité présumée de formaldéhyde d'environ 100  $\mu$ g.  
Ajouter 20 ml de dichlorométhane (point 5.2.8) et 20,00 ml d'acide chlorhydrique (point 5.2.12).  
Mélanger à l'agitateur vibrant (point 5.3.16.) et aux ultrasons (point 5.3.15).  
Séparer les deux phases par centrifugation (3 000 g pendant 2 mn). Par ailleurs, laver une cartouche (point 5.3.7) avec 2 ml de méthanol (point 5.2.7.), puis la conditionner avec 5 ml d'eau (point 5.2.1.).  
Faire passer 4 ml de la phase aqueuse de l'extrait à travers la cartouche conditionnée, éliminer les premiers 2 ml et récupérer la fraction suivante.
- 5.4.2.2. *Cas des lotions et shampooings*  
Peser dans un flacon bouché de 100 ml, à 0,001 g près, une masse (m) d'échantillon (en g) correspondant à une quantité présumée de formaldéhyde d'environ 500  $\mu$ g.  
Compléter à 100 ml avec la phase mobile (point 5.2.16).  
La solution est filtrée sur membrane filtrante (point 5.3.6) et injectée ou passée au travers d'une cartouche (point 5.3.7) conditionnée comme au point 5.4.2.1.  
Toutes les solutions doivent être injectées extemporanément.

## 5.4.3. Conditions chromatographiques

- Débit de la phase mobile : 1 ml/mn,
- débit du réactif : 0,5 ml/mn,
- débit total en sortie du détecteur : 1,5 ml/mn,
- volume injecté : 10 µl,
- température d'éluion : dans les séparations difficiles, la colonne est immergée dans un bain de glace fondante : attendre l'équilibrage des températures (15 à 20 mn),
- température réaction post-colonne : 100 °C,
- détection : 420 nm.

N.B. : L'ensemble du système chromatographique et postcolonne doit être rincé à l'eau (point 5.2.1) après utilisation. Dans le cas d'un arrêté supérieur à deux jours, ce rinçage est suivi par un rinçage au méthanol. Avant de reconditionner le système, effectuer un passage à l'eau pour éviter les recristallisations.

## 5.5. Calculs

*Cas des émulsions* (point 5.4.2.1)

Teneur en formaldéhyde % (m/m) :

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{5 \text{ m}} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{5 \text{ m}}$$

*Cas des lotions et shampooings* (point 5.4.2.2) :

Teneur en formaldéhyde :

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{m} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{m}$$

où :

m = la masse en grammes de l'échantillon soumis à l'analyse

C = la concentration en µg/100 ml en formaldéhyde lue sur la courbe étalon (point 5.4.1).

## 5.6. Répétabilité (1).

Pour une teneur en formaldéhyde de 0,05 %, la différence entre les résultats de deux dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,001 %.

Pour une teneur en formaldéhyde de 0,2 %, la différence entre les résultats de deux dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,005 %.

(1) Selon la norme ISO 5725.

## Appendice 1

## Confection d'un tricotin

Accessoires utilisés pour la réalisation du « tricotin »

- 1 bobine en bois :  
diamètre extérieur de 5 cm, au milieu de laquelle sera percé un trou de 1,5 cm. Quatre pointes en acier seront plantées de façon équidistante (voir schéma de la bobine en fig. 1 et fig. 2. Ecart entre 2 pointes 1,8 cm et plantées à 0,5 cm en retrait du trou.
- 1 tige rigide (genre crochet) pour réaliser les boucles à partir de tube Téflon.
- Tube Téflon de 1,6 mm; diamètre intérieur : 0,3 mm; longueur : 5 m.

## Réalisation du « tricotin »

Pour démarrer le tricotin, il faut enfiler le tube Téflon de haut en bas par le trou central de la bobine (en laissant dépasser de la face inférieure environ 10 cm de tube, ce qui permettra de tirer légèrement sur la chaînette en cours de confection) puis enrouler le tube autour de chacune des 4 pointes pour faire le premier tour (voir fig. 3).

L'entrée et la sortie du tricotin seront garnies de ferrules et de vis de compression; attention à ne pas écraser le Téflon au sertissage.

A partir du deuxième rang, faire passer le tube par l'extérieur de chaque pointe pour former ensuite une boucle de la façon suivante :

- faire passer le tube du rang inférieur sur le tube du rang supérieur à l'aide de la tige rigide (voir fig. 4).

Ce travail est répété sur chacune des pointes en respectant l'ordre 1 — 2 — 3 — 4 et ce, jusqu'à concurrence des 5 m ou de la longueur désirée.

Laisser environ 10 cm de tube pour fermer la chaînette. Passer le tube dans chacune des 4 boucles, tirer légèrement : la chaînette est ainsi fermée.

N.B. : Il existe sur le marché des tricotins confectionnés pour les réactions postcolonne (Supelco).

Schéma de la bobine

Figure 1

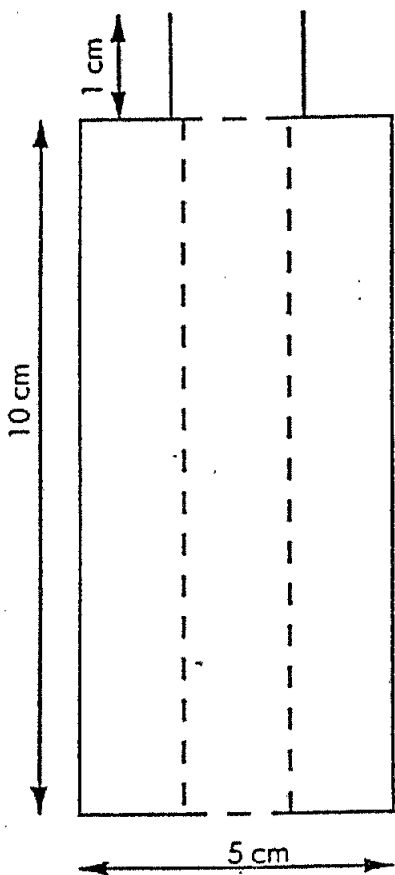


Figure 3

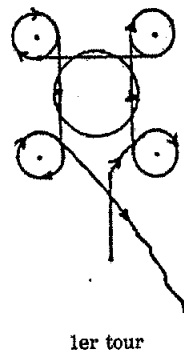
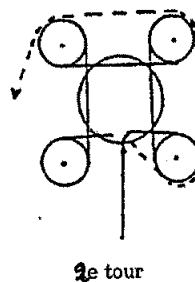


Figure 4



Pour former la boucle prendre le tube inférieur (en plein) et le passer sur le 2e tube (en pointillé)

Figure 2

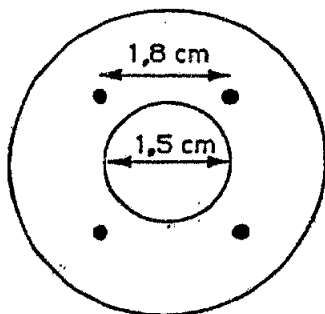
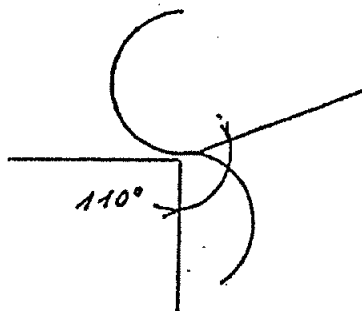
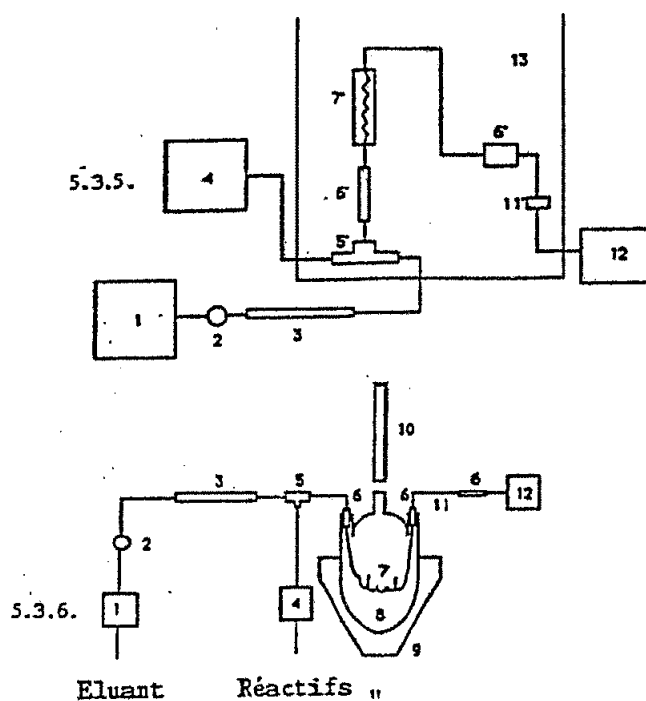


Figure 5



## Appendice 2

- 1 = pompe HPLC (point 5.3.2)
- 2 = vanne d'injection (point 5.3.4)
- 3 = colonne avec précolonne
- 4 = pompe réactif
- 5 = té sans volume mort
- 5' = té (Vortex)
- 6-6' = raccord Union sans volume mort
- 7 = tricotin
- 7' = réacteur
- 8 = ballon 3 turbulures avec eau bouillante
- 9 = chauffe-ballon
- 10 = réfrigérant
- 11 = tube inox échangeur thermique
- 11' = échangeur thermique
- 12 = détecteur UV/visible
- 13 = module postcolonne PCRS 520



Vu pour être annexé à Notre arrêté du 16 septembre 1991.

BAUDOIN

Par le Roi :  
Le Ministre des Affaires sociales,  
Ph. BUSQUIN

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique,  
R. DELIZÉE



## Bijlage

## « X. De identificatie en bepaling van vrij formaldehyde

1. Doel en toepassingsgebied  
Deze methode beschrijft de identificatie en twee kwantitatieve bepalingen van vrij formaldehyde. De toepasbaarheid van de bepalingmethoden hangt af van het aan- dan wel afwezig zijn van formaldehydedonoren. De methode kan worden toegepast op alle cosmetische producten.
- 1.1. Identificatie
- 1.2. Colorimetrische bepaling met acetylaceton  
Deze methode kan worden toegepast wanneer alleen formaldehyde wordt gebruikt, of wanneer formaldehyde wordt gebruikt in combinatie met andere verbindingen, die geen formaldehyde afsplitsen. Indien die niet het geval is, en wanneer het resultaat hoger ligt dan de maximaal in het eindproduct toegelaten concentratie, wordt ter bevestiging de volgende methode (1.3) gebruikt.
- 1.3. Bepaling bij aanwezigheid van formaldehydedonoren :  
In de hiervoor beschreven methode (1.2) splitsen formaldehydedonoren tijdens de bepaling formaldehyde af, hetgeen tot te hoge waarden leidt (vrij plus gebonden formaldehyde). Daarom moet het vrije formaldehyde door middel van HPLC worden gescheiden.
2. Definitie  
Het volgens deze methode bepaalde vrije formaldehydegehalte wordt uitgedrukt in massapercenten (m/m) van de waar.
3. Identificatie
- 3.1. Principe  
Vrij en gebonden formaldehyde geeft met Schiff's reagens, in aanwezigheid van zwavelzuur, een roze of paarse kleur.
- 3.2. Reagentia  
Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn. Het gebruikte water moet gedeïoniseerd zijn.
- 3.2.1. Fuchsine
- 3.2.2. Natriumsulfiet 7 H<sub>2</sub>O
- 3.2.3. Geconcentreerd zoutzuur (d = 1,19)
- 3.2.4. Zwavelzuur, 1 M
- 3.2.5. Schiff's reagens  
Weeg 100 mg fuchsine (3.2.1) in een bekersglas en los op in 75 ml water van 80 °C. Voeg na afkoelen 2,5 g natriumsulfiet (3.2.2) en 1,5 ml zoutzuur (3.2.3) toe. Vul aan tot 100 ml met water.  
Houdbaarheid : 2 weken.
- 3.3. Werkwijze
- 3.3.1. Breng ongeveer 2 g monster in een bekersglas van 10 ml.
- 3.3.2. Voeg 2 druppels zwavelzuur, 1 M (3.2.4) en 2 ml Schiff's reagens (3.2.5) toe. Het reagens moet vóór toevoeging absoluut kleurloos zijn.  
Meng door schudden en laat het mengsel vijf minuten staan.
- 3.3.3. Indien binnen 5 minuten een roze of paarsroze kleur wordt waargenomen, is de aanwezige hoeveelheid formaldehyde groter dan 0,01 %. In dat geval wordt de hoeveelheid vrij en gebonden formaldehyde kwantitatief bepaald volgens (4) en zo nodig (5).
4. Colorimetrische bepaling met acetylaceton
- 4.1. Principe  
Formaldehyde reageert in aanwezigheid van ammoniumacetaat met acetylaceton, waarbij 3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutidine ontstaat. Dit wordt geëxtraheerd met 1-butanol, waarna de absorptie bij 410 nm wordt gemeten.
- 4.2. Reagentia  
Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.  
Het gebruikte water moet gedeïoniseerd zijn.
- 4.2.1. Ammoniumacetaat, watervrij
- 4.2.2. IJsazijn, d<sup>20</sup><sub>4</sub> = 1,05
- 4.2.3. Acetylaceton, vers gedistilleerd onder verminderde druk, 25 mm Hg 25°; het te gebruiken reagens mag geen absorptie vertonen bij 410 nm.
- 4.2.4. 1-Butanol
- 4.2.5. Zoutzuur, 1 M
- 4.2.6. Zoutzuur, ongeveer 0,1 M
- 4.2.7. Natriumhydroxide, 1 M
- 4.2.8. Zetmeeloplossing, 2 % suspensie in water, vers bereid volgens Europese Farmacopee, 2e editie 1980, deel I-VII-1-1 (1 g/50 ml water)
- 4.2.9. Formaldehyde, 37-40 % oplossing in water
- 4.2.10. Gestelde oplossing van jodium 0,05 M

- 4.2.11. Gestelde oplossing van natriumthiosulfaat 0,1 M
- 4.2.12. *Acetylaceton-reagens*  
Los in een maatkolf van 1 000 ml op :  
— 150 g ammoniumacetaat (4.2.1);  
— 2 ml acetylaceton (4.2.3);  
— 3 ml azijnzuur (4.2.2).  
Vul aan tot 1 000 ml met water (de pH van de oplossing is ongeveer 6,4).  
Dit reagens moet vers worden bereid.
- 4.2.13. Reagens (4.2.12) zonder acetylaceton
- 4.2.14. *Formaldehyde-standaardoplossing : stamoplossing*  
Breng in een maatkolf van 1 000 ml 5 g formaldehyde (4.2.9) en vul aan met water tot 1 000 ml.  
Bepaal de titer van de stamoplossing als volgt:  
Pipetteer 10,00 ml van de oplossing en voeg 25,00 ml van de gestelde joodoplossing (4.2.10) en 10 ml van de natriumhydroxideoplossing 1 M (4.2.7) toe.  
Meng en laat het mengsel vijf minuten staan.  
Zuur aan met 11 ml HCL 1 M (4.2.5) et titreer de overmaat jood met een gestelde natriumthiosulfaat-oplossing (4.2.11) met behulp van een zetmeeloplossing (4.2.10) als indicator.  
1 ml jood-oplossing is equivalent met 1,5 mg formaldehyde.
- 4.2.15. *Formaldehyde-standaardoplossing : verdunde oplossing*  
De stamoplossing wordt met gedeïoniseerd water twintigmaal verdund en deze oplossing wordt vervolgens honderdmaal met water verdund.  
1 ml van deze oplossing bevat ongeveer 1 µg formaldehyde.  
Bereken het exacte gehalte.
- 4.3. *Apparatuur*
- 4.3.1. Gebruikelijke laboratoriumuitrustingen :
- 4.3.2. « Fasescheiding »-filter, Whatman 1 PS (of gelijkwaardig)
- 4.3.3. Centrifuge
- 4.3.4. Waterbed, ingesteld op 60 °C
- 4.3.5. Spectrofotometer
- 4.3.6. Glascuvetten met optische weglengte van 1 cm
- 4.4. *Werkwijze*
- 4.4.1. *Monsteroplossing*  
Weeg in een maatkolf van 100,00 ml tot op 0,001 g nauwkeurig een hoeveelheid monster, die overeenkomt met ongeveer 150 µg formaldehyde.  
Vul aan met water tot 100,00 ml en meng (oplossing S).  
[Ga na of de pH ongeveer 6 is. Bereid, wanneer dit niet het geval is, de bovengenoemde oplossing met zoutzuuroplossing (4.2.6) in plaats van water].  
Breng in een erlenmeyer van 50 ml :  
— 10,00 ml oplossing S,  
— 5,00 ml acetylacetonreagens (4.2.12).  
Voeg water toe tot 30 ml.
- 4.4.2. *Referentieoplossing*  
Eventuele storing door een achtergrondkleuring in het monster wordt als volgt geëlimineerd :  
Pipetteer in een erlenmeyer van 50 ml :  
— 10,00 ml oplossing S,  
— 5,00 ml reagens zonder acetylaceton (4.2.13).  
Voeg water toe tot 30 ml.
- 4.4.3. *Blanco-oplossing*  
Pipetteer in een erlenmeyer van 50 ml :  
5,0 ml acetylacetonreagens (4.2.12).  
Voeg water toe tot 30 ml.
- 4.4.4. *Gehaltebepaling*
- 4.4.4.1. Schud de volgens 4.4.1, 4.4.2 en 4.4.3 bereide oplossingen en zet ze daarna gedurende exact 10 minuten in een waterbad van 60 °C. Koel vervolgens gedurende twee minuten af in een ijsbad.
- 4.4.4.2. Breng de vloeistoffen over in scheidrechters van 50 ml, die 10,00 ml 1-Butanol (4.2.4) bevatten. Spoel de erlenmeyers na met 3 tot 5 ml water en schud de mengsels in de scheidrechters krachtig gedurende exact 30 seconden. Laat de fasen vervolgens scheiden.
- 4.4.4.3. Filtreer de butanol-fases door een « fasescheiding »-filter (4.3.2) en cuvetten (4.3.6). De scheiding kan ook door centrifugeren (3 000 g gedurende vijf minuten) bewerkstelligd worden.
- 4.4.4.4. Meet de absorptie bij 410 nm ( $A_1$ ) van de monsteroplossing (4.4.1) tegen de referentieoplossing (4.4.2).
- 4.4.4.5. Meet op dezelfde wijze de absorptie bij 410 nm ( $A_2$ ) van de blanco-oplossing (4.4.3) tegen 1 butanol.  
N.B. : Al deze bewerkingen moeten worden uitgevoerd binnen 25 minuten nadat de erlenmeyers in het waterbad van 60 °C zijn geplaatst.
- 4.4.5. *IJkcurve*
- 4.4.5.1. Pipetteer in een erlenmeyer van 50 ml :  
— 5,00 ml standaardoplossing (4.2.15),  
— 5,00 ml acetylacetonreagens (4.2.12).  
Vul aan met water tot een eindvolume van 30 ml.

- 4.4.5.2. Vervolg zoals onder 4.4.4 beschreven en meet de absorptie bij 410 nm tegen 1-butanol (4.2.4).
- 4.4.5.3. Herhaal deze procedure met 10,00, 15,00, 20,00 en 25,00 ml verdunde standaardoplossing (4.2.15).
- 4.4.5.4. Voer om de waarde van de blanco (overeenkomend met de kleuring door de reagentia) te verkrijgen de procedure zoals beschreven onder 4.4.4.5 uit.
- 4.4.5.5. Teken de ijkcurve, nadat van elk van de onder de punten 4.4.5.1 en 4.4.5.3 verkregen absorptiewaarden de blancowaarde is afgetrokken. De wet van De Beer is geldig tot 30 µg formaldehyde.
- 4.5. Berekening
- 4.5.1. Trek  $A_2$  van  $A_1$  af en lees uit de ijkcurve (4.4.5.5) de hoeveelheid  $C$  af, uitgedrukt in microgram formaldehyde in de monsteroplossing (4.4.1).
- 4.5.2. Het gehalte aan formaldehyde in het monster (% m/m) wordt berekend met de formule :
- $$\text{formaldehyde \%} = \frac{C}{10^3 \cdot m}$$
- waarin :
- $m$  = massa in g van het monster.
- 4.6. Herhaalbaarheid (1)
- Bij een formaldehydegehalte van 0,2 % mag het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen van hetzelfde monster, gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden, bij de colorimetrische bepaling met acetylaceton niet hoger zijn dan 0,005 %.
- Als bij de bepaling van vrij formaldehyde resultaten worden verkregen die hoger zijn dan de waarden in Richtlijn 76/768/EEG, namelijk :
- a) tussen 0,05 % en 0,2 % bij een niet geëtiketteerd produkt,  
 b) hoger dan 0,2 % bij een al dan niet geëtiketteerd produkt,  
 moet de in punt 5 beschreven methode worden uitgevoerd.
5. Bepaling voor het geval dat formaldehydedonoren aanwezig zijn
- 5.1. Principe
- Formaldehyde wordt middels HPLC van andere componenten gescheiden en in een post-column reactor door reactie met acetylaceton omgezet in een lutidinederivaat. Het gevormde derivaat wordt bepaald via meting van de absorptie bij 420 nm.
- 5.2. Reagentia
- Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn. Het gebruikte water moet gedeïoniseerd zijn.
- 5.2.1. Water, geschikt voor HPLC.
- 5.2.2. Ammoniumacetaat, anh.
- 5.2.3. IJsazijn
- 5.2.4. Acetylaceton (bewaren bij 4 °C)
- 5.2.5. Dinatriumfosfaat, watervrij
- 5.2.6. Orthofosforzuur, 85 % (d = 1,7)
- 5.2.7. Methanol
- 5.2.8. Dichloormethaan
- 5.2.9. Formaldehyde, 37-40 % oplossing in water
- 5.2.10. Natriumhydroxide, 1 M
- 5.2.11. Zoutzuur, 1 M
- 5.2.12. Zoutzuur, 0,002 M
- 5.2.13. Zetmeeloplossing, vers bereid volgens de Europese Farmacopee
- 5.2.14. Gestelde oplossing van jodium 0,05 M
- 5.2.15. Gestelde oplossing van natriumthiosulfaat, 0,1 M
- 5.2.16. *Mobiele fase*
- 0,006 M dinatriumfosfaat (5.2.5) oplossing in water (5.2.1), waarvan de pH met orthofosforzuur (5.2.6) op 2,1 is gebracht.
- 5.2.17. *Acetylacetonreagens*
- Los in een maatkolf van 1 000 ml op :
- 62,5 g ammoniumacetaat (5.2.2),
  - 7,5 ml ijsazijn (5.2.3),
  - 5 ml acetylaceton (5.2.4).
- Vul aan met water (5.2.1) tot 1 000 ml.
- Bewaar dit reagens in het donker.
- Houdbaarheid : drie dagen bij kamertemperatuur.
- Er mag geen kleuring van het reagens worden waargenomen.
- 5.2.18. *Ijkoplossing formaldehyde : stamoplossing*
- Breng in een maatkolf van 1 000 ml 10 g formaldehyde (5.2.9) en vul aan tot 1 000 ml met water. Bepaal de titer van de stamoplossing als volgt :
- Pipetteer 5,00 ml stamoplossing in een stoperlenmeyer. Voeg 25,00 ml gestelde jood-oplossing (5.2.14) en 10,00 ml natriumhydroxideoplossing (5.2.10) toe.
- Laat vijf minuten staan, voeg 11,00 ml HCl 2 N (5.2.11) toe en titreer de overmaat jood met een gestelde natriumthiosulfaatoplossing (5.2.15) met behulp van zetmeeloplossing 5.2.13 als indicator. 1 ml joodoplossing 0,05 M (5.2.14) is equivalent aan 1,5 mg formaldehyde.

- 5.2.19. *Ijkoplossing formaldehyde : verdunde oplossing*  
Verdun de stamoplossing (5.2.18) 100 maal met mobiele fase (5.2.16). 1,00 ml van deze oplossing bevat ongeveer 37 µg formaldehyde.  
Bereken het exacte gehalte.
- 5.3. *Apparatuur*
- 5.3.1. Gebruikelijke laboratoriumuitrusting, en:
- 5.3.2. Niet pulserende HPLC-pomp
- 5.3.3. Niet pulserende lagedrukpomp voor reagenstoevoer, of een tweede HPLC-pomp met dezelfde eigenschappen als de eerste (5.3.2).
- 5.3.4. Injectiekraan, 10 µl injectievolume
- 5.3.5. Post-columns reactor, als volgt geconstrueerd:  
Driehalskolf van 1 liter;  
+ 1 verwarmingsmantel van 1 liter  
+ 2 Vigreux-kolommen met minimaal tien schotels (luchtgekoeld)  
+ roestvrijstalen capillair (voor warmtewisseling) : 1,6 mm — interne diameter : 0,23 mm — lengte : 400 mm  
+ teflonbuis : 1,6 mm — interne diameter : 0,30 mm — lengte : 5 m (reactiecoil van gevlochten teflonbuis (zie aanhangsel 2)  
+ 1 T-stuk zonder dood volume (Valco of gelijkwaardig)  
+ 3 koppelstukken zonder dood volume  
of : een post-columnreactor Applied Biosystems PCRS 520, uitgerust met een 1 ml reactor, of een gelijkwaardig systeem.
- 5.3.6. Membraanfilter : 0,45 µ
- 5.3.7. SEP PAK C18 cartridge, of daaraan gelijkwaardige cartridge
- 5.3.8. *Kolom*  
— Bischoff Hypersil RP 18 (type NC ref. C 25.46 1805)  
(5 µ — L = 250 mm — i.d. = 4,6 mm)  
— of Dupont, Zorbax ODS  
(5 µ — L = 250 mm — i.d. = 4,6 mm)  
— of Phase SEP, Spherisorb ODS 2  
(5 µ — L = 250 mm — i.d. = 4,0 mm)
- 5.3.9. *Voorkolom*  
Bischoff K1 Hypersil RP 18 (ref. KL G 6301 1805)  
(5 µ — L = 10 mm, of gelijkwaardig)
- 5.3.10. De kolom en de voorkolom worden met een Ecotube-systeem (ref. A 15020508 Bischoff) of een gelijkwaardig systeem op elkaar aangesloten.
- 5.3.11. Bouw de opstelling (5.3.5.) volgens het schema van aanhangsel 2.  
De verbindingen na de injectiekraan moeten zo kort mogelijk zijn. Wanneer de opstelling van 5.3.5 wordt gebruikt, heeft de roestvrijstalen buis tussen de uitgang van de reactor en de ingang van de detector tot doel het mengsel vóór detectie af te koelen, en is de temperatuur in de detector niet bekend maar constant.
- 5.3.12. Detector, UV/VIS
- 5.3.13. Recorder
- 5.3.14. Centrifuge
- 5.3.15. Ultrasoonbad
- 5.3.16. Reageerbuisschudapparaat (Vortex of gelijkwaardig)
- 5.4. *Werkwijze*
- 5.4.1. *Ijkkurve*  
De ijkkurve wordt bepaald door de piekhoogte als functie van de concentratie te meten. Bereid de volgende standaardoplossingen door de verdunde ijkoplossing van formaldehyde (5.2.19) te verdunnen met de mobiele fase (5.2.16) :
- 1,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 20,00 ml (ongeveer 185 µg/100 ml),
  - 2,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 20,00 ml (ongeveer 370 µg/100 ml),
  - 5,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 25,00 ml (ongeveer 740 µg/100 ml),
  - 5,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 20,00 ml (ongeveer 925 µg/100 ml).
- De ijkoplossingen moeten vers worden bereid, en vervolgens gedurende 1 uur op kamertemperatuur bewaard alvorens ze worden gebruikt.  
De ijkkurve is lineair voor concentraties van 1 tot 15 µg/ml.
- 5.4.2. *Monstervoorbereiding*
- 5.4.2.1. Emulsies (cremes, vloeibare make-up, eyeliners)  
Weeg tot op 0,001 g nauwkeurig een hoeveelheid monster (m g), overeenkomend met een verwachte hoeveelheid formaldehyde van ongeveer 100 µg in een afsluitbare 100 ml fles. Voeg 20,00 ml dichloor-methaan (5.2.8) en 20,00 ml zoutzuur (5.2.12) toe. Meng met behulp van een reageerbuisschudapparaat (5.3.16) en het ultrasoonbad (5.3.15). Scheid de twee fasen door centrifugeren (3000 g gedurende 2 minuten). Was een cartridge (5.3.7) met 2 ml methanol (5.2.7) en conditioneer deze met 5 ml water (5.2.1).  
Elueer 4 ml van de waterige fase van het extract door de geconditioneerde patroon. Verwerp de eerste 2 ml en vang de volgende fractie op.

- 5.4.2.2. Lotions en shampoo's  
 Weeg tot op 0,001 g nauwkeurig een hoeveelheid monster (m g), overeenkomend met een verwachte hoeveelheid formaldehyde van ongeveer 500 µg in een afsluitbare 100 ml fles.  
 Vul aan tot 100,00 ml met de mobiele fase (5.2.16).  
 Filtreer de oplossing door een filter (5.3.6) en injecteer, eventueel nadat de oplossing over een cartridge (5.3.7) is geleid, die zoals beschreven in 5.4.2.1 is geconditioneerd.  
 Alle monsteroplossingen moeten onmiddellijk worden geïnjecteerd.
- 5.4.3. *Chromatografie*  
 — debiet van de mobiele fase: 1 ml/min,  
 — debiet van het reagens: 0,5 ml/min,  
 — totaal debiet aan de uitgang van de detector: 1,5 ml/min,  
 — geïnjecteerd volume: 10 µl,  
 — elutietemperatuur: koel bij een slechte scheiding de kolom in een smeltend ijsbad en wacht tot een constante temperatuur is bereikt,  
 — temperatuur van de post-columnreactie: 100 °C,  
 — detectie: 420 nm.  
 N.B.: Het gehele systeem voor chromatografie en postkolom moet na gebruik met water (5.2.1) worden gespoeld. Wanneer meer dan twee dagen geen analyses waren gedaan, wordt hierna gespoeld met methanol (5.4.7). Alvorens het systeem opnieuw wordt geconditioneerd, wordt water doorgeleid om herkristallisatie te voorkomen.
- 5.5. Berekening  
 Emulsies (5.4.2.1)  
 Gehalte aan formaldehyde in % (m/m):  

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{5m} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{5m}$$
 Lotions en shampoo's (5.4.2.2):  
 Gehalte aan formaldehyde in % (m/m):  

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{m} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{m}$$
 waarin:  
 m = massa van het geanalyseerde monster in g  
 C = de in de ijkcurve (5.4.1) afgelezen formaldehydeconcentratie in µg/100 ml.
- 5.6. Herhaalbaarheid (1)  
 Bij een formaldehydegehalte van 0,05 % mag het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen van hetzelfde monster, gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden, niet hoger zijn dan 0,001 %.  
 Bij een formaldehydegehalte van 0,2 % mag het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen van hetzelfde monster, gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden, niet hoger zijn van 0,005 %.

(1) Volgens ISO-norm 5725.

#### Aanhangsel 1

Vervaardiging van de reactiecoil van gevlochten teflonbuis

##### Benodigdheden

- 1 houten klos: uitwendige diameter 5 cm, met in het midden een gat van 1,5 cm. Op gelijke afstanden worden vier draadnagels aangebracht (zie het schema van de klos in de figuren 1 en 2). De afstand tussen twee punten is 1,8 cm en de afstand tot het gat 0,5 cm.
- 1 niet buigbaar als haaknaald gevormd staafje om de lussen in de teflonslang te leggen.
- teflonslang: 1,8 mm; inwendige diameter: 0,3 mm; lengte: 5 m.

##### Uitvoering

De reactiecoil wordt gevlochten met een techniek die bekend staat als punniken of klosjebreien:

Eerst wordt de teflonslang van boven naar beneden door het gat in het midden van de klos gestoken (laat ongeveer 10 cm van de slang onder de klos uitsteken, zodat tijdens de vervaardiging de wikkeling zachtjes kan worden aangetrokken); vervolgens wordt de eerste lus gemaakt door de slang om elk van de vier punten te wikkelen (zie fig. 3).

Vanaf de tweede wikkeling wordt de slang aan de buitenkant om elk punt gelegd, waarna op de volgende wijze een lus wordt gevormd:

— de slang van de onderste wikkeling wordt met behulp van het staafje over de slang van de bovenste wikkeling gelegd (zie fig. 4):

Deze bewerking wordt bij elk van de punten herhaald, waarbij de volgorde 1 — 2 — 3 — 4 wordt aangehouden, tot een lengte van 5 m, of tot de gewenste lengte is bereikt.

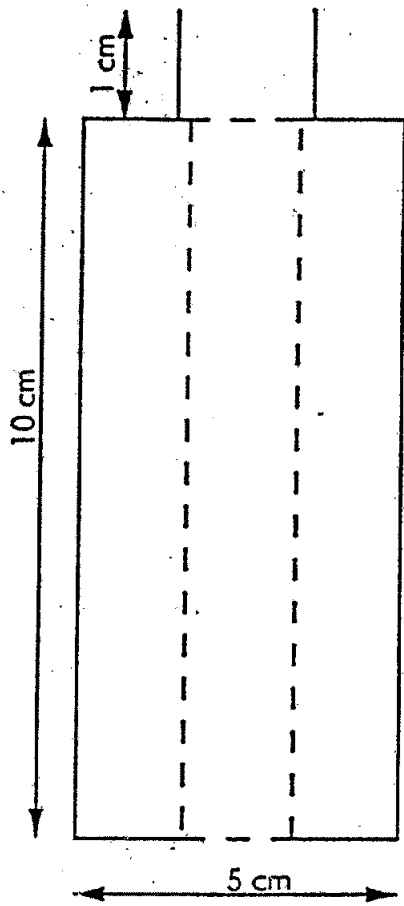
Zorg ervoor dat er ongeveer 10 cm slang overblijft aan het eind van de reactiecoil. De slang wordt door elk van de vier lussen gehaald en lichtjes aangetrokken: op deze manier wordt het vlechtwerk aan de reactiecoil afgesloten.

Aan beide uiteinden van de reactiecoil worden een ferrule en een nut aangebracht, zorg ervoor dat bij het aandraaien het teflon niet scheurt.

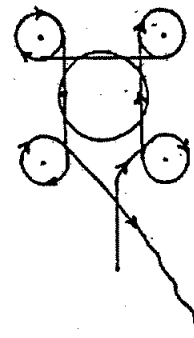
*Opmerking:* Gewonden teflon is commercieel verkrijgbaar (Supelco).

Schema van de klos

*Figuur 1*

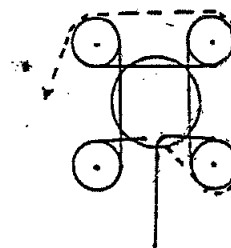


*Figuur 3*



1e wikkeling

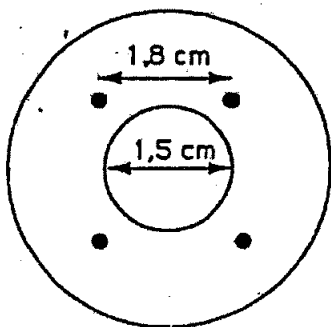
*Figuur 4*



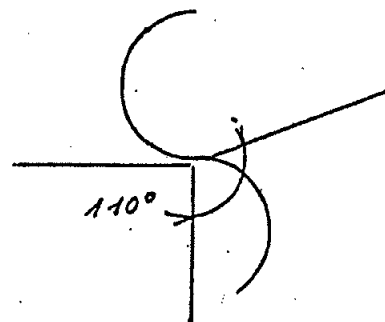
2e wikkeling

Om de lus te vormen wordt de slang van de onderste wikkeling (dichte lijn) over de slang van de tweede wikkeling (stippelijjn) gelegd.

*Figuur 2*

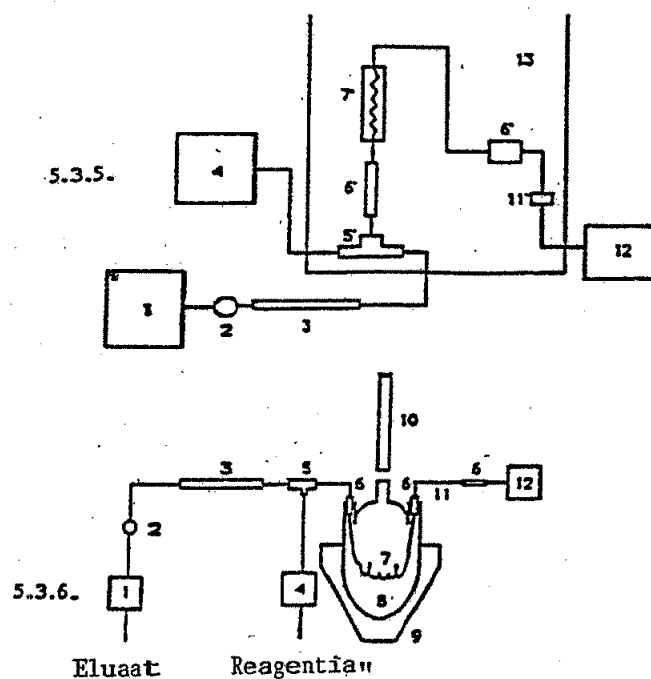


*Figuur 5*



## Aanhangsel 2

- 1 = HPLC-pomp
- 2 = injectiekraan
- 3 = kolom, met voorkolom
- 4 = reagenspomp
- 5 = T-stuk zonder dood volume
- 5' = T-stuk (Vortex)
- 6-6' = koppelstuk zonder dood volume
- 7 = reactiecoil uit gevlochten teflonbuis
- 7' = reactor
- 8 = driehalskolf met kokend water
- 9 = verwarmingsmantel
- 10 = koeler
- 11 = roestvrij stalen capillair voor warmtewisseling
- 11' = warmtewisselaar
- 12 = detector, UV/VIS
- 13 = postkolom-module PCRS 520



Gezien om gevoegd te worden bij Ons besluit van 16 september 1991.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :  
De Minister van Sociale Zaken,  
Ph. BUSQUIN

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid,  
R. DELIZEE