

Art. 2. Artikel 10, tweede lid, wordt aangevuld met een vierde streepje, luidend als volgt:

« — om middelen uit de winsten van de Nationale Loterij te ontvangen. »

Art. 3. Dit besluit treedt in werking de dag waarop het in het *Belgisch Staatsblad* wordt bekendgemaakt.

Art. 4. Onze Eerste Minister is belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 20 mei 1996.

ALBERT

Van Koningswege :
De Eerste Minister,
J.-L. DEHAENE

Art. 2. L'article 10, alinéa 2, est complété par un quatrième tiret, rédigé comme suit :

« — à recevoir des moyens provenant des bénéfices de la Loterie nationale. »

Art. 3. Le présent arrêté entre en vigueur le jour de sa publication au *Moniteur belge*.

Art. 4. Notre Premier Ministre est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 20 mai 1996.

ALBERT

Par le Roi :
Le Premier Ministre,
J.-L. DEHAENE

**MINISTERIE VAN SOCIALE ZAKEN,
VOLKSGEZONDHEID EN LEEFMILIEU**

N. 96 — 1120

(C - 22240)

1 APRIL 1996. — Koninklijk besluit tot wijziging van het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende referentieanalysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren

ALBERT II, 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 wetten van 22 maart 1989 en 9 februari 1994, inzonderheid op de artikelen 12 en 20, 4°;

Gelet op de vijfde richtlijn 93/73/EEG van de Commissie van 9 september 1993 inzake analysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetische produkten 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, 5 november 1985, 30 juni 1986, 11 september 1987, 5 december 1990 en 16 september 1991;

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 noodzakelijkheid;

Overwegende dat de noodzaak verantwoord is omwille van het dringend karakter, evenals van het met redenen omkleed advies van de Commissie van 23 januari 1996;

Op de voordracht van Onze Minister van Volksgezondheid en Pensioenen,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. De analysemethoden vermeld in de bijlage van het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende referentieanalysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren, worden met de bepalingen XXIX tot XXXIV, opgenomen in bijlage van dit besluit, aangevuld.

Art. 2. Onze Minister van Volksgezondheid en Pensioenen is belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 1 april 1996.

ALBERT

Van Koningswege :
De Minister van Volksgezondheid en Pensioenen,
M. COLLA

**MINISTERE DES AFFAIRES SOCIALES,
DE LA SANTE PUBLIQUE ET DE L'ENVIRONNEMENT**

F. 96 — 1120

(C - 22240)

1^{er} AVRIL 1996. — Arrêté royal modifiant l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques

ALBERT II, 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 les lois des 22 mars 1989 et 9 février 1994, notamment les articles 12 et 20, 4°;

Considérant la cinquième directive 93/73/CEE de la Commission du 9 septembre 1993 relative 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 des 19 février 1985, 5 novembre 1985, 30 juin 1986, 11 septembre 1987, 5 décembre 1990 et 16 septembre 1991;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1^{er}, 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 ainsi que par l'avis motivé de la Commission du 23 janvier 1996;

Sur la proposition de Notre Ministre de la Santé publique et des Pensions,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1^{er}. Les méthodes d'analyses reprises à l'annexe de l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques, sont complétées par les dispositions XXIX à XXXIV reprises à l'annexe du présent arrêté.

Art. 2. Notre Ministre de la Santé publique et des Pensions est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 1^{er} avril 1996.

ALBERT

Par le Roi :
Le Ministre de la Santé publique et des Pensions,
M. COLLA

BIJLAGE

XXIX. KWALITATIEVE EN KWANTITATIEVE ANALYSE
VAN ZILVERNITRAAT IN KOSMETISCHE PRODUCTEN

A. Kwalitatieve analyse

1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode beschrijft de kwalitatieve analyse van zilvernitraat als zilver in op waterbasis geformuleerde cosmetica.

2. Beginsel

Zilver wordt aangetoond door het karakteristieke witte neerslag dat met chloride-ionen worden gevormd.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

3.1. Zoutzuur, 2 M.

3.2. Ammonia: verdun geconcentreerde ammonia ($d_{20} = 0,88 \text{ g/ml}$) met een gelijke hoeveelheid water en meng.

3.3. Salpeterzuur, 2 M.

4. Apparatuur

4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.

4.2. Centrifuge

5. Werkwijze

5.1. Voeg aan ongeveer 1 g monster in een centrifugebuis druppelgewijs zoutzuur 2 M (3.1) toe tot er geen neerslag meer gevormd wordt; meng en centrifugeer.

5.2. Schenk de bovenstaande vloeistof af en was het neerslag eenmaal met vijf druppels koud water. Verwerp de wasvloeistof.

5.3. Voeg aan het neerslag in de buis een gelijk volume water toe. Verhit tot koken en roer.

5.4. Centrifugeer de hete vloeistof en schenk de bovenstaande vloeistof af.

5.5. Voeg aan het neerslag enkele druppels ammonia (3.2) toe; meng en centrifugeer.

5.6. Voeg aan één druppel van de bovenstaande vloeistof op een glasplaatje enkele druppels verdund salpeterzuur (3.3) toe.

5.7. Een wit neerslag wijst erop dat zilver aanwezig is.

B. Kwantitatieve analyse

1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode beschrijft de kwantitatieve analyse van zilvernitraat als zilver in cosmetische producten bestemd voor het kleuren van wimpers of wenkbrauwen.

2. Beginsel

Het zilvergehalte van het produkt wordt bepaald met behulp van atoom-absorptiespectrometrie.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

3.1. Salpeterzuur, 0,02 M.

3.2. Zilver-standaardoplossingen

3.2.1. Zilver-stamoplossing, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ in salpeterzuur 0,5 M („SpectrosoL” of gelijkwaardig).

3.2.2. Zilver-standaardoplossing, 100 µg/ml: pipetteer 10 ml zilver-stamoplossing (3.2.1) in een 100 ml maatkolf. Vul aan met salpeterzuur 0,02 M (3.1) en meng. Deze standaardoplossing moet vers worden bereid en in een fles van donker gekleurd glas worden bewaard.

4. Apparatuur

4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.

4.2. Atoom-absorptiespectrofotometer, voorzien van een zilver hollekathodelamp.

5. Werkwijze

5.1. Monstervoorbereiding

Weeg ongeveer 0,1 g van een homogeen monster van het produkt nauwkeurig af (m gram). Breng dit kwantitatief over in een maatkolf van 1 liter, vul aan met salpeterzuur 0,02 M (3.1) en meng.

5.2. Instellingen voor atoom-absorptiespectrometrie

Vlam: lucht-acetyleen.

Golflengte: 338,3 nm.

Achtergrondcorrectie: ja.

Vlamcondities: arm; om een maximale extinctie te verkrijgen moeten branderhoogte en vlaminstelling geoptimaliseerd worden.

5.3. Calibratie

5.3.1. Pipetteer respectievelijk 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 en 5,0 ml van de zilver-standaardoplossing (3.2.2) in maatkolven van 100 ml. Vul aan met salpeterzuur 0,02 M (3.1) en meng. De aldus verkregen oplossingen bevatten respectievelijk 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, en 5,0 µg zilver per milliliter.

5.3.2. Meet de absorptie van het salpeterzuur 0,02 M (3.1) en gebruik de gemeten absorptie als zilverconcentratie nul in de calibratiegrafiek.

Meet de absorptie van de zilver-standaardoplossingen (5.3.1). Construeer een calibratielijn door de gemeten absorpties uit te zetten tegen de zilverconcentratie.

5.4. Bepaling

Meet de absorptie van de monsteroplossing (5.1). Lees uit de calibratielijn de met de gemeten absorptie overeenkomende zilverconcentratie af.

6. Berekening

Bereken het zilvernitraatgehalte van het monster als massapercentage (% m/m) met behulp van de formule:

$$\% \text{ (m/m) zilvernitraat} = \frac{1,5748 \cdot c}{10 \cdot m}$$

waarin:

m = inweeg in g van het in analyse genomen monster (5.1), en

c = zilverconcentratie in µg/ml in de monsteroplossing (5.1), afgelezen uit de calibratiegrafiek.

7. Herhaalbaarheid (%)

Bij een zilvernitraatgehalte van 4 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,05 % (m/m) bedragen.

XXX. KWALITATIEVE EN KWANTITATIEVE ANALYSE VAN SELEENDISULFIDE IN ANTI-ROOSHAMPOOS

A. Kwalitatieve analyse

1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode beschrijft de kwalitatieve analyse van seleendisulfide als seleen in anti-roosshampoos.

2. Beginsel

Seleen wordt aangetoond door de karakteristieke geel-oranje kleur die ontstaat bij reactie met ureum en kaliumjodide.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

- 3.1. Geconcentreerd salpeterzuur ($d_{20} = 1,42$ g/ml).
- 3.2. Ureum.
- 3.3. Kaliumjodideoplossing, 10 % (m/v): los 10 g kaliumjodide op in 100 ml water.

4. Apparatuur

- 4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.
- 4.2. Destructiebuis, 100 ml.
- 4.3. Destructieblok met verwarming.
- 4.4. Filtreerpapier (Whatman nr. 42 of gelijkwaardig) of een membraanfilter met een poriëngrootte van 0,45 μm .

5. Werkwijze

- 5.1. Voeg aan ongeveer 1 g shampoo in een destructiebuis (4.2) 2,5 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.1) toe en destructureer in het destructieblok (4.3) gedurende 30 minuten bij 150 °C.
- 5.2. Verdun het gestructureerde monster met water tot 25 ml en filtreer door filtreerpapier of een membraanfilter van 0,45 μm (4.4).
- 5.3. Voeg aan 2,5 ml van het filtraat 5 ml water en 2,5 g ureum (3.2) toe en kook de vloeistof. Voeg na afkoelen 1 ml kaliumjodideoplossing (3.3) toe.
- 5.4. Een geel-oranje kleur, die snel donker wordt als men de oplossing laat staan, wijst erop dat seleen aanwezig is.

B. Kwantitatieve analyse

1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode beschrijft de kwantitatieve analyse van seleendisulfide als seleen in anti-roosshampoos die maximaal 4,5 % (m/m) seleendisulfide bevatten.

2. Beginsel

Het monster wordt gestructureerd met salpeterzuur en het seleengehalte van de verkregen oplossing wordt bepaald met behulp van atoom-absorptiespectrometrie.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

- 3.1. Geconcentreerd salpeterzuur ($d_{20} = 1,42$ g/ml).
- 3.2. Verdund salpeterzuur, 5 % (v/v): voeg onder voortdurend roeren 50 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.1) toe aan 500 ml water in een bekeerglas. Breng de vloeistof over in een maatkolf van 1 liter en vul aan met water.
- 3.3. Seleen-stamoplossing, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ in 0,5 M salpeterzuur („Spectrosol” of gelijkwaardig).

4. Apparatuur

- 4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.
- 4.2. Destructiebuis, 100 ml.
- 4.3. Destructieblok met verwarming.
- 4.4. Filtreerpapier (Whatman nr. 42 of gelijkwaardig) of een membraanfilter met een poriëngrootte van 0,45 μm .
- 4.5. Atoom-absorptiespectrofotometer, voorzien van een seleen hollekathodelamp.

5. *Werkwijze*5.1. *Monstervoorbereiding*

- 5.1.1. Weeg in een destructiebuis (4.2) ongeveer 0,2 g van een homogeen shampooonster nauwkeurig af (m gram).
- 5.1.2. Voeg 5 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.1) toe en destructureer in een destructieblok (4.3) gedurende 1 uur bij 150 °C.
- 5.1.3. Laat de oplossing afkoelen en verdun met water tot 100 ml. Filtreer over filterpapier of door een membraanfilter van 0,45 µm (4.4). Bewaar het filtraat voor de bepaling.

5.2. *Instellingen voor atoom-absorptiespectrometrie*

Vlam : lucht-acetyleen.

Golflengte : 196,0 nm.

Achtergrondcorrectie : ja.

Vlamcondities : arm ; om een maximale extinctie te verkrijgen moeten branderhoogte en vlaminstelling geoptimaliseerd worden.

5.3. *Calibratie*

- 5.3.1. Pipetteer respectievelijk 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, en 5,0 ml seleen-stamoplossing (3.3) in maatkolven van 100 ml. Vul aan met verdund salpeterzuur 5 % (v/v) (3.2) en meng. De aldus verkregen oplossingen bevatten respectievelijk 10, 20, 30, 40 en 50 µg seleen per milliliter.
- 5.3.2. Meet de absorptie van het verdunde salpeterzuur 5 % (v/v) (3.2) en gebruik de gemeten waarde als seleenconcentratie nul in de calibratiegrafiek. Meet de absorptie van alle seleen calibratieoplossingen (5.3.1). Construeer een calibratielijn door de gemeten absorpties uit te zetten tegen de seleenconcentratie.

5.4. *Bepaling*

Meet de absorptie van de monsteroplossing (5.1.3). Lees uit de calibratiegrafiek de met de gemeten absorptie overeenkomende seleenconcentratie af.

6. *Berekening*

Bereken het seleendisulfidegehalte van het monster als massapercentage (% m/m) met behulp van de formule :

$$\% \text{ (m/m) seleendisulfide} = \frac{1,812 \cdot c}{100 \cdot m}$$

waarin :

m = inweeg van het in analyse genomen monster in g (5.1.1), en

c = seleenconcentratie in de monsteroplossing (5.1.3) in µg/ml, zoals afgelezen uit de calibratiegrafiek

7. *Herhaalbaarheid (%)*

Bij een seleendisulfidegehalte van 1 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,05 % (m/m) bedragen.

XXXI. KWANTITATIEVE ANALYSE IN OPLOSBAAR BARIUM EN STRONTIUM IN PIGMENTEN IN DE VORM VAN ZOUTEN OF LAKKEN

A. Analyse van oplosbaar barium

1. *Doel en toepassingsgebied*

In deze methode wordt de werkwijze voor de extractie van oplosbaar barium uit pigmenten in de vorm van zouten of lakken beschreven, alsmede de kwantitatieve analyse van het opgeloste barium.

2. *Beginsel*

Het pigment wordt onder nauwkeurig omschreven omstandigheden met zoutzuur 0,07 M geëxtraheerd; de hoeveelheid oplosbaar barium in het extractiemiddel wordt bepaald met behulp van atoom-absorptiespectrometrie.

(¹) ISO 5725.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

- 3.1. Ethanol, absoluut.
- 3.2. Zoutzuur, 0,07 M.
- 3.3. Zoutzuur, 0,5 M.
- 3.4. Kaliumchloride oplossing, 8 % (m/v) : los 16 g kaliumchloride op in 200 ml zoutzuur 0,07 M (3.2).
- 3.5. Barium-standaardoplossingen
 - 3.5.1. Barium-stamoplossing, 1 000 µg/ml in salpeterzuur 0,5 M, („SpectrosoL” of gelijkwaardig).
 - 3.5.2. Barium-standaardoplossing, 200 µg/ml : pipetteer 20,0 ml barium-stamoplossing (3.5.1) in een 100 ml maatkolf. Vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng.

4. Apparatuur

- 4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.
- 4.2. pH-meter met een nauwkeurigheid van $\pm 0,02$ eenheden.
- 4.3. Schudapparaat (type : wrist-action).
- 4.4. Membraanfilter met een poriëngrootte van 0,45 µm.
- 4.5. Atoom-absorptiespectrofotometer, voorzien van een barium hollekathodelamp.

5. Werkwijze

- 5.1. Monstervoorbereiding
 - 5.1.1. Weeg in een 250 ml erlenmeyer met glazen stop ongeveer 0,5 g pigment nauwkeurig af (in gram). Om zeker te zijn dat er voldoende volume is voor effectief schudden mag er geen erlenmeyer met een volume kleiner dan 150 ml worden gebruikt.
 - 5.1.2. Voeg met een pipet 1,0 ml ethanol (3.1) toe en zwenk de erlenmeyer hierbij zodanig, dat het pigment door en door bevochtigd wordt. Voeg vervolgens uit een buret zoveel zoutzuur 0,07 M (3.2) toe, dat de verhouding volume-van-het-toegevoegde-zuur tot pigmentmassa exact 50 milliliter per gram bedraagt. Stel het totale volume extractiemiddel, inclusief de ethanol, V ml. Zwenk de erlenmeyer gedurende 5 seconden om, zodat de inhoud goed gemengd wordt.
 - 5.1.3. Bepaal de pH van de verkregen suspensie met een pH-meter (4.2). Voeg, indien de pH hoger dan 1,5 is, druppelsgewijs zoutzuur 0,5 M (3.3) toe tot de pH tussen 1,4 en 1,5 ligt.
 - 5.1.4. Sluit de erlenmeyer en schud onmiddellijk gedurende 60 minuten in het schudapparaat (4.3) met een zodanig hoge snelheid dat een schuim wordt gevormd. Filtreer over een membraanfilter van 0,45 µm (4.5) en verzamel het filtraat. Centrifugeer het extract niet voor filtratie. Pipetteer 5,0 ml van het filtraat in een 50 ml maatkolf, vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng. De verkregen oplossing wordt ook gebruikt voor de bepaling van strontium (deel B).
 - 5.1.5. Pipetteer 5,0 ml kaliumchloride oplossing (3.4) in een 100 ml maatkolf, en vervolgens een zodanig volume (W_{10} , ml) van het verdunde filtraat (5.1.4) dat de verwachte bariumconcentratie tussen 3 en 10 µg per milliliter ligt. (Een volume van 10 ml is waarschijnlijk een goed uitgangspunt.) Vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng.
 - 5.1.6. Bepaal nog dezelfde dag de bariumconcentratie in de verkregen oplossing (5.1.5) met behulp van atoom-absorptiespectrometrie.
- 5.2. Instellingen voor atoom-absorptiespectrometrie

Vlam : lachgas / acetyleen.
Golflengte : 553,5 nm.
Achtergrondcorrectie : geen.
Vlamcondities : arm ; om een maximale extinctie te verkrijgen moeten branderhoogte en vlaminstelling geoptimaliseerd worden.

5.3. Calibratie

- 5.3.1. Pipeteer respectievelijk 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 en 5,0 ml barium-standaardoplossing (3.5.2) in maatkolven van 100 ml. Pipeteer in elke kolf 5,0 ml kaliumchlorideoplossing (3.4); vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng. Deze oplossingen bevatten respectievelijk 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, en 10,0 µg barium per milliliter.

Maak op gelijke wijze, met weglaten van de barium-standaardoplossing, een blanco-oplossing

- 5.3.2. Meet de absorptie van de blanco-oplossing (5.3.1) en gebruik de gemeten waarde als bariumconcentratie nul in de calibratiegrafiek. Meet de absorpties van alle barium-standaardoplossingen (5.3.1). Construeer een calibratielijn door de gemeten absorpties uit te zetten tegen de bariumconcentratie.

5.4. Analyse

Meet de absorptie van de monsteroplossing (5.1.5). Lees uit de calibratiegrafiek de met de gemeten absorptie overeenkomende bariumconcentratie af.

6. Berekening

Het gehalte aan oplosbaar barium (% m/m) in het pigment wordt gegeven door de formule:

$$\% \text{ (m/m) oplosbaar barium} = \frac{c \cdot V}{10W_{th} \cdot m}$$

waarin

m = inweeg in g van het in analyse genomen monster (5.1.1),

c = bariumconcentratie van de monsteroplossing (5.1.5) in µg/ml, afgelezen uit de calibratiegrafiek,

V = totaal volume van het extractiemiddel in ml (5.1.2), en

W_{th} = volume in ml van het in 5.1.5 gebruikte verdunde filtraat.

7. Herhaalbaarheid

De best beschikbare schatting van de herhaalbaarheid (ISO 5725) van deze methode is 0,3 % bij een oplosbaar barium-gehalte van 2 % (m/m).

8. Opmerkingen

- 8.1. De aanwezigheid van calcium kan onder bepaalde condities de bariumabsorptie verhogen. Dit kan worden onderdrukt door toevoegen van magnesium-ion in een concentratie van 5 g/liter⁽¹⁾.
- 8.2. Als alternatief kan inductief gekoppelde plasma (ICP) emissiespectrometrie gebruikt worden.

B. Bepaling van oplosbaar strontium

1. Doel en toepassingsgebied

In deze methode wordt de werkwijze voor de extractie van oplosbaar strontium uit pigmenten in de vorm van zouten of lakken beschreven alsmede de kwantitatieve analyse van het opgeloste strontium.

2. Beginsel

Het pigment wordt onder nauwkeurig omschreven omstandigheden met zoutzuur 0,07 M geëxtraheerd en de hoeveelheid strontium in het extractiemiddel wordt bepaald met behulp van atoomabsorptiespectrometrie.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

- 3.1. Ethanol, absoluut.
- 3.2. Zoutzuur, 0,07 M.
- 3.3. Kaliumchloride-oplossing, 8 % (m/v): los 16 g kaliumchloride op in 200 ml zoutzuur 0,07 M (3.2).

⁽¹⁾ Magnesium as modifier for the determination of barium by flame atomic emission spectrometry; Jerrow, M et al., Analytical Proceedings, 1991, 28, 40.

3.4. Strontium-standaardoplossingen

- 3.4.1. Strontium-stamoplossing, 1 000 µg/ml in salpeterzuur 0,5 M („Spectrosol.“ of gelijkwaardig).
- 3.4.2. Strontium-standaardoplossing, 100 µg/ml: pipetteer 10,0 ml van de strontium-stamoplossing (3.4.1) in een 100 ml maatkolf. Vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng.

4. *Apparatuur*

- 4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.
- 4.2. Membraanfilter met een poriëngrootte van 0,45 µm.
- 4.3. Atoom-absorptiespectrofotometer, voorzien van een strontium hollekathodelamp.

5. *Werkwijze*5.1. *Monstervoorbereiding*

De in A.5.1.4 verkregen oplossing wordt gebruikt voor de bepaling van het gehalte oplosbaar strontium.

- 5.1.1. Pipetteer 5,0 ml kaliumchlorideoplossing (3.3) in een 100 ml maatkolf, en vervolgens een zodanig volume (W_s) van het verdunde filtraat (A.5.1.4) dat de verwachte strontiumconcentratie tussen 2 en 5 µg per milliliter ligt. (Een volume van 25 ml is waarschijnlijk een goed uitgangspunt.) Vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng.
- 5.1.2. Bepaal nog dezelfde dag de strontiumconcentratie in de verkregen oplossing (5.1.1) met behulp van atoom-absorptiespectrometrie.

5.2. *Instellingen voor atoom-absorptiespectrometrie*

Vlam: lachgas/acetyleen.

Golflengte: 460,7 nm.

Achtergrondcorrectie: nee.

Vlamcondities: arm; om een maximale extinctie te verkrijgen moeten branderhoogte en vlaminstelling geoptimaliseerd worden.

5.3. *Calibratie*

- 5.3.1. Pipetteer respectievelijk 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 en 5,0 ml strontium-standaardoplossing (3.4.2) in 100 ml maatkolven. Pipetteer bij elke kolf 5 ml kaliumchlorideoplossing (3.3), vul aan met zoutzuur 0,07 M (3.2) en meng. Deze oplossingen bevatten respectievelijk 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 en 5,0 µg strontium per milliliter.

Maak op gelijke wijze een blanco-oplossing met weglaten van de strontium-standaardoplossing.

- 5.3.2. Meet de absorptie van de blanco-oplossing (5.3.1) en gebruik de gemeten waarde als strontiumconcentratie nul in de calibratiegrafiek. Meet de absorptie van alle strontium-standaardoplossingen (5.3.1). Construeer een calibratielijijn door de gemeten absorpties uit te zetten tegen de strontiumconcentratie.

5.4. *Bepaling*

Meet de absorptie van de monsteroplossing (5.1.1). Lees uit de calibratiegrafiek de met de gemeten absorptie overeenkomende strontiumconcentratie af.

6. *Berekening*

Het gehalte aan oplosbaar strontium (% m/m) in het pigment wordt gegeven door de volgende formule:

$$\% \text{ (m/m) oplosbaar strontium} = \frac{c \cdot V}{10W_s \cdot m}$$

waarin

m = inweeg in g van het in analyse genomen monster (A.5.1.1),

c = strontiumconcentratie van de monsteroplossing in µg/ml, afgelezen uit de calibratiegrafiek,

V = volume van het extractiemiddel in ml (A.5.1.2), en

W_s = volume van het in B.5.1.5 gebruikte verdunde filtraat in ml.

7. *Herhaalbaarheid*

De best beschikbare schatting van de herhaalbaarheid (ISO 5725) voor deze methode is 0,09 % voor een oplosbaar strontiumgehalte van 0,6 % (m/m).

8. Opmerkingen

Als alternatief kan een inductief gekoppelde plasma (ICP) emissiespectrometrie gebruikt worden.

XXXII. KWALITATIEVE EN KWANTITATIEVE ANALYSE VAN BENZYLALCOHOL IN KOSMETICA**A. Kwalitatieve analyse****1. Doel en toepassingsgebied**

Deze methode beschrijft de kwalitatieve analyse van benzylalcohol in cosmetische producten.

2. Beginsel

Benzylalcohol wordt geïdentificeerd met behulp van dunne-laagchromatografie op silicagelplaten.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

3.1. Benzylalcohol.**3.2. Chloroform.****3.3. Ethanol, absoluut.****3.4. n-Pentaaan.****3.5. Loopvloeistof: diethylether.****3.6. Benzylalcohol-standaardoplossing: weeg 0,1 g benzylalcohol (3.1) in een maatkolf van 100 ml, vul aan tot volume met ethanol (3.3) en meng.****3.7. DLC-platen, glas, 100 mm x 200 mm, of 200 mm x 200 mm, voorzien van silicagel 60 F₁₄ (laagdikte 0,25 mm).****3.8. Sporeireagens: 12-molybdofosforzuur, 10 % (m/v) in ethanol (3.3).****4. Apparatuur****4.1. Gangbare uitrusting voor dunne-laagchromatografie****4.2. Chromatografietank, dubbele trog, buitenafmetingen circa 80 mm x 230 mm x 240 mm.****4.3. Chromatografiepapier: Whatman of gelijkwaardig****4.4. UV-lichtbron met een golflengte van 254 nm.****5. Werkwijze****5.1. Monstervoorbereiding**

Weeg in een 10 ml maatkolf 1,0 g van het te analyseren produkt af. Voeg 3 ml chloroform (3.2) toe en schud krachtig tot het produkt gedispergeerd is. Vul aan tot volume met ethanol (3.3) en schud krachtig tot een heldere, of bijna heldere, oplossing is verkregen.

5.2. Dunne-laagchromatografie

5.2.1. Verzadig de chromatografietank (4.2) als volgt met n-pentaaan (3.4): breng langs de achterwand van de tank chromatografiepapier (4.3) aan, zodanig dat de onderkant van het papier zich in de achterste trog bevindt. Breng 25 ml n-pentaaan (3.4) in deze trog door dit langs het chromatografiepapier te gieten. Sluit de tank onmiddellijk en laat 15 minuten staan.

5.2.2. Breng op geschikte plaatsen op de startlijn van de plaat (3.7) 10 µl monsteroplossing (5.1) en 10 µl benzylalcohol-standaardoplossing (3.6) op. Laat drogen.

5.2.3. Pipetteer 10 ml diethylether (3.5) in de voorste trog van de chromatografietank en zet de plaat (5.2.2) onmiddellijk daarna in dezelfde trog. Sluit meteen de tank en ontwikkel de plaat over een afstand van 150 mm. Neem de plaat uit de tank en laat bij kamertemperatuur drogen.

- 5.2.4. Bekijk de plaat (5.2.3) onder UV-licht en markeer de positie van de violette vlekken. Besproei de plaat met sproeireagens (3.8) en verhit de plaat vervolgens gedurende circa 15 minuten op 120 ° C. Benzylalcohol verschijnt als een donkerblauwe vlek.
- 5.2.5. Bereken de Rf-waarde verkregen voor de benzylalcohol-standaardoplossing. Een donkerblauwe vlek met dezelfde Rf-waarde bij de monsteroplossing wijst op de aanwezigheid van benzylalcohol.
- Detectiegrens : 0,1 µg benzylalcohol.

B. Kwantitatieve analyse

1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode beschrijft de kwantitatieve analyse van benzylalcohol in cosmetische producten.

2. Definitie

Het gehalte benzylalcohol bepaald volgens deze methode wordt uitgedrukt in massaprocenten (% m/m).

3. Beginsel

Het monster wordt geëxtraheerd met methanol en de hoeveelheid benzylalcohol in het extract wordt bepaald met behulp van hogedruk vloeistofchromatografie (HPLC).

4. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn en, waar van toepassing, geschikt voor HPLC.

4.1. Methanol.

4.2. 4-Ethoxyfenol.

4.3. Benzylalcohol.

4.4. Mobiele fase : methanol (4.1)/water (45 : 55 ; v/v).

4.5. Benzylalcohol-stamoplossing : weeg in een maatkolf van 100 ml circa 0,1 g benzylalcohol (4.3) nauwkeurig af. Vul aan tot volume met methanol (4.1) en meng.

4.6. Interne standaard-stamoplossing : weeg in een maatkolf van 100 ml circa 0,1 g 4-ethoxyfenol (4.2) nauwkeurig af. Vul aan tot volume met methanol (4.1) en meng.

4.7. Standaardoplossingen : pipetteer in een reeks maatkolven van 25 ml de in de onderstaande tabel aangegeven hoeveelheden benzylalcohol-stamoplossing (4.5) en interne standaard-stamoplossing (4.6). Vul aan tot volume met methanol (4.1) en meng.

Standaardoplossing	benzylalcoholconcentratie		4-Ethoxyfenolconcentratie	
	ml (4.5) toegevoegd	µg/ml (°)	ml (4.6) toegevoegd	µg/ml (°)
I	0,5	20	2,0	80
II	1,0	40	2,0	80
III	2,0	80	2,0	80
IV	3,0	120	2,0	80
V	5,0	200	2,0	80

(°) Deze waarden dienen als voorbeeld ; zij komen overeen met de concentraties van standaardoplossingen welke bereid zijn uit oplossingen van benzylalcohol (4.5) en 4-ethoxyfenol (4.6), die respectievelijk precies 0,1 % (m/v) benzylalcohol en precies 0,1 % (m/v) 4-ethoxyfenol bevatten.

5. Apparatuur

5.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.

5.2. HPLC-apparatuur, voorzien van variabele golfengete UV-detectector en 10 µl injectie-loop.

5.3. Analytische kolom : 250 mm × 4,6 mm, roestvrij staal, gevuld met 5 µm Spherisorb ODS, of gelijkwaardig.

- 5.4. Waterbad.
- 5.5. Ultrasoonbad.
- 5.6. Centrifuge.
- 5.7. Centrifugebuizen, capaciteit 15 ml.
6. *Werkwijze*
- 6.1. *Monstervoorbereiding*
- 6.1.1. Weeg in een centrifugebuis (5.7) circa 0,1 g monster (in gram) nauwkeurig af en voeg 5 ml methanol (4.1) toe.
- 6.1.2. Verwarm de buis gedurende 10 minuten in een waterbad (5.4) op 50 ° C en plaats de buis vervolgens in een ultrasoonbad (5.5) tot het monster volledig gedispergeerd is.
- 6.1.3. Laat afkoelen en centrifugeer gedurende 5 minuten bij 3 500 omwentelingen/min.
- 6.1.4. Breng de bovenstaande vloeistof over in een maatkolf van 25 ml.
- 6.1.5. Extraheer het monster nogmaals met 5 ml methanol (4.1). Voeg het extract toe aan het reeds aanwezige extract in de maatkolf van 25 ml.
- 6.1.6. Pipetteer 2,0 ml van de interne standaard-stamoplossing (4.6) in de maatkolf van 25 ml. Vul aan tot volume met methanol (4.1) en meng. De aldus verkregen vloeistof wordt voor de in 6.4 beschreven chromatografische analyse gebruikt.
- 6.2. *Chromatografie*
- 6.2.1. Stel de HPLC-apparatuur (5.2) op de gebruikelijke wijze in. Stel het debiet van de mobiele fase (4.4) in op 2,0 ml per minuut.
- 6.2.2. Stel de golflengte van de UV-detector (5.2) in op 210 nm.
- 6.3. *Calibratie*
- 6.3.1. Injecteer 10 µl van elk van de benzyalcohol-standaardoplossingen (4.7) en meet de oppervlakten van de benzyalcohol- en 4-ethoxyfenolpieken.
- 6.3.2. Bereken voor elke benzyalcohol-standaardoplossing (4.7) de verhouding van de oppervlakte van de benzyalcoholpiek tot die van de 4-ethoxyfenolpiek. Maak een calibratiegrafiek door deze waarden uit te zetten tegen de benzyalcoholconcentratie in µg per milliliter.
- 6.4. *Bepaling*
- 6.4.1. Injecteer 10 µl monsteroplossing (6.1.6) en meet de oppervlakten van de benzyalcoholpiek en de 4-ethoxyfenolpiek. Bereken de oppervlakteverhouding van de benzyalcohol- en 4-ethoxyfenolpiek. Herhaal deze procedure met telkens 10 µl monsteroplossing tot constante resultaten verkregen zijn.
- 6.4.2. Lees uit de calibratiegrafiek (6.3.2) de benzyalcoholconcentratie af die overeenkomt met de voor de monsteroplossing gevonden oppervlakteverhouding.

7. *Berekening*

Bereken het gehalte aan benzyalcohol in het monster als massapercentage met de volgende formule :

$$\% \text{ (m/m) benzyalcohol} = \frac{c}{400 \cdot m}$$

waarin :

m = inweeg van het in analyse genomen monster in gram (6.1.1), en

c = benzyalcoholconcentratie in de monsteroplossing (6.1.6) in µg/ml, zoals afgelezen uit de calibratiegrafiek.

8. *Herhaalbaarheid* (*)

Bij een benzyalcoholgehalte van 1 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,10 % (m/m) bedragen.

(*) ISO 5725.

**XXXIII. KWALITATIEVE ANALYSE VAN ZIRKONIUM EN KWANTITATIEVE ANALYSE
VAN ZIRKONIUM, ALUMINIUM EN CHLOOR
IN NIET-AËROSOLVORMIGE ANTI-TRANSPIRATIEMIDDELEN**

Deze methode omvat vijf onderdelen :

- A. Kwalitatieve analyse van zirkonium
- B. Kwantitatieve analyse van zirkonium
- C. Kwantitatieve analyse van aluminium
- D. Kwantitatieve analyse van chloor
- E. Berekening van de verhouding tussen aluminium- en zirkoniumatomen en tussen aluminium- plus zirkoniumatomen en chlooratomen.

A. Kwalitatieve analyse van zirkonium

1 Doel en toepassingsgebied

Het doel van deze methode is de kwalitatieve analyse van zirkonium in niet-aërosolvormige antitranspiratiemiddelen. Er worden geen methoden beschreven voor de kwalitatieve analyse van het aluminiumzirkoniumchloridehydroxide-complex $[Al_2Zr(OH)_2Cl_n \cdot nH_2O]$.

2. Beginsel

Zirkonium wordt aangetoond door het karakteristieke rood-violet neerslag dat gevormd wordt met alizarinerood S in sterk zuur milieu.

3 Reagentia

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn.

- 3.1. Geconcentreerd zoutzuur ($d_m = 1,18$ g/ml).
- 3.2. Oplossing van alizarinerood S (C.I. 58005) : 2 % (m/v) natriumalzarinesulfonaat in water.

4. Apparatuur

- 4.1 Gangbare laboratoriumuitrusting.

5 Werkwijze

- 5.1. Voeg aan circa 1 g monster in een reageerbuis 2 ml water toe. Sluit de buis en schud.
- 5.2. Voeg 3 druppels alizarinerood S-oplossing (3.2) en vervolgens 2 ml geconcentreerd zoutzuur (3.1) toe. Sluit de buis en schud.
- 5.3. Laat de buis ongeveer 2 minuten staan.
- 5.4. Een rood-violet gekleurde bovenstaande vloeistof en dito neerslag duidt op de aanwezigheid van zirkonium.

B. Kwantitatieve analyse van zirkonium

1 Doel en toepassingsgebied

Deze methode is bruikbaar voor de kwantitatieve analyse van zirkonium in aluminiumzirkoniumchloridehydroxide-complexen tot een maximumconcentratie van 7,5 % (m/m) zirkonium in niet-aërosolvormige antitranspiratiemiddelen.

2. Beginsel

Zirkonium wordt uit het aangezuurde produkt geëxtraheerd en kwantitatief bepaald met behulp van vlam-atomaire-absorptiespectrometrie.

3 Reagentia

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn.

- 3.1 Geconcentreerd zoutzuur ($d_m = 1,18$ g/ml).
- 3.2. Verdund zoutzuur, 10 % (v/v): voeg in een bekeerglas onder voortdurend roeren 100 ml geconcentreerd zoutzuur (3.1) toe aan 500 ml water. Breng de vloeistof over in een maatkolf van 1 liter en vul aan met water
- 3.3 Stam-zirkoniumoplossing, 1 000 µg/ml in 0,5 M zoutzuur („Spectrosol.“ of gelijkwaardig).

- 3.4. Reagens van (gehydrateerd) aluminiumchloride $[\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$: los 22,6 g aluminiumchloridehexahydraat op in 250 ml verdund zoutzuur 10 % (v/v) (3.2).
- 3.5. Ammoniumchloridereagens: los 5,0 g ammoniumchloride op in 250 ml verdund zoutzuur 10 % (v/v) (3.2).

4. Apparatuur

- 4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.
- 4.2. Verwarmingsplaat met magneetroerder.
- 4.3. Filtreerpapier (Whatman nr. 41 of gelijkwaardig).
- 4.4. Atomaire-absorptiespectrofotometer, voorzien van een zirkonium hollekathodelamp.

5. Werkwijze

5.1. Monstervoorbereiding

- 5.1.1. Weeg in een bekeerglas van 150 ml circa 1,0 g van een homogeen monster van het produkt nauwkeurig af (= m gram). Voeg 40 ml water en 10 ml geconcentreerd zoutzuur (3.1) toe.
- 5.1.2. Plaats het bekeerglas op een verwarmingsplaat met magneetroerder (4.2). Verwarm onder roeren tot koken. Dek het bekeerglas af met een horlogeglas om verdamping tegen te gaan. Laat 5 minuten koken, neem het bekeerglas van de plaat en koel af tot kamertemperatuur.
- 5.1.3. Filtreer de inhoud van het bekeerglas over het filtreerpapier (4.3) in een maatkolf van 100 ml. Spoel het bekeerglas tweemaal met 10 ml water uit, filtreer de spoelvloeistof en voeg het filtraat bij de vloeistof in de maatkolf. Vul aan tot de streep met water en meng. Deze oplossing wordt ook gebruikt voor de aluminiumbepaling (deel C).
- 5.1.4. Pipetteer 20,00 ml van de monsteroplossing (5.1.3), 5,00 ml aluminiumchloridereagens (3.4) en 5,00 ml ammoniumchloridereagens (3.5) in een maatkolf van 50 ml. Vul aan met verdund zoutzuur 10 % (v/v) (3.2) en meng.

5.2. Instellingen voor atomaire-absorptiespectrometrie

Vlam: lachgas/acetyleen.

Golflengte: 360,1 nm.

Achtergrondcorrectie: nee.

Vlamcondities: rijk; om een maximale extinctie te verkrijgen moeten branderhoogte en vlaminstelling geoptimaliseerd worden.

5.3. Ijkgrafiek

- 5.3.1. Pipetteer respectievelijk 5,00, 10,00, 15,00, 20,00 en 25,00 ml van de stam-zirkoniumoplossing (3.3) in maatkolven van 50 ml. Pipetteer in de maatkolven vervolgens 5,00 ml aluminiumchloridereagens (3.4) en 5,00 ml ammoniumchloridereagens (3.5). Vul aan met verdund zoutzuur 10 % (v/v) (3.2) en meng. De aldus verkregen oplossingen bevatten respectievelijk 100, 200, 300, 400 en 500 µg zirkonium per milliliter.

Bereid op dezelfde wijze een blanco-oplossing zonder stam-zirkoniumoplossing.

- 5.3.2. Bepaal de extinctie van de blanco-oplossing (5.3.1) en gebruik deze waarde voor zirkoniumconcentratie nul in de ijkgrafiek. Bepaal de extinctie van de verschillende standaard-zirkoniumoplossingen (5.3.1). Maak een ijkgrafiek door deze extinctiewaarden uit te zetten tegen de zirkoniumconcentratie.

5.4. Kwantitatieve analyse

Bepaal de extinctie van de monsteroplossing (5.1.4). Lees uit de ijkgrafiek de met deze extinctie overeenkomende zirkoniumconcentratie af.

6. Berekening

Bereken het zirkoniumgehalte van het monster als massapercentage met behulp van de volgende formule:

$$\% \text{ (m/m) zirkonium} = \frac{c}{40 \cdot m}$$

waarbij

m = monsterinweeg in g (5.1.1), en

c = zirkoniumconcentratie van de monsteroplossing (5.1.4) in µg/ml, afgelezen uit de ijkgrafiek.

7. *Herhaalbaarheid* (*)

Bij een zirkoniumgehalte van 3,00 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,10 % (m/m) bedragen.

8. *Opmerkingen*

In plaats van vlam-atomaire-absorptiespectrometrie mag gebruik gemaakt worden van optische-emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma.

C. Kwantitatieve analyse van aluminium

1. *Doel en toepassingsgebied*

Deze methode is bruikbaar voor de kwantitatieve analyse van aluminium in aluminiumzirkonium-chloridehydroxide-complexen tot een maximumconcentratie van 12 % (m/m) aluminium in niet-aërosolvormige antitranspiratiemiddelen.

2. *Beginsel*

Aluminium wordt uit het aangezuurde produkt geëxtraheerd en kwantitatief bepaald met behulp van vlam-atomaire-absorptiespectrometrie.

3. *Reagentia*

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn.

3.1 Geconcentreerd zoutzuur ($d_m = 1,18$ g/ml).

3.2 Verdund zoutzuur, 1 % (v/v): voeg in een bekersglas onder voortdurend roeren 10 ml geconcentreerd zoutzuur (3.1) toe aan 500 ml water. Breng de vloeistof over in een maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

3.3 Stam-aluminiumoplossing, 1 000 µg/ml in 0,5 M salpeterzuur („Spectrosol” of gelijkwaardig).

3.4 Kaliumchloridereagens: los 10,0 g kaliumchloride op in 250 ml verdund zoutzuur 1 % (v/v) (3.2).

4. *Apparatuur*

4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.

4.2. Atomaire-absorptiespectrofotometer, voorzien van een aluminium hollekathodelamp

5. *Werkwijze*

5.1 *Monstervoorbereiding*

De in B.5.1.3 bereide oplossing wordt gebruikt voor de bepaling van het aluminiumgehalte.

5.1.1. Pipetteer 5,00 ml van de monsteroplossing (B.5.1.3) en 10,00 ml kaliumchloridereagens (3.4) in een maatkolf van 100 ml. Vul aan met verdund zoutzuur 1 % (v/v) (3.2) en meng.

5.2 *Instellingen voor atomaire-absorptiespectrometrie*

Vlam: lachgas/acetyleen.

Golflengte: 309,3 nm

Achtergrondcorrectie: nee.

Vlamcondities: rijk; om een maximale extinctie te verkrijgen moeten branderhoogte en vlaminstelling geoptimaliseerd worden.

5.3 *Ijkgrafiek*

5.3.1 Pipetteer respectievelijk 1,00, 2,00, 3,00, 4,00 en 5,00 ml van de stam-aluminiumoplossing (3.3) in maatkolven van 100 ml. Pipetteer in de maatkolven vervolgens 10,00 ml kaliumchloridereagens (3.4), vul aan met verdund zoutzuur 1 % (v/v) (3.2) en meng. De aldus verkregen oplossingen bevatten respectievelijk 10, 20, 30, 40 en 50 µg aluminium per milliliter.

Bereid op dezelfde wijze een blanco-oplossing zonder stam-aluminiumoplossing.

(*) ISO 5725

5.3.2. Bepaal de extinctie van de blanco-oplossing (5.3.1) en gebruik deze waarde voor aluminiumconcentratie nul in de ijkgrafiek. Bepaal de extinctie van de verschillende standaard-aluminiumoplossingen (5.3.1). Maak een ijkgrafiek door deze extinctiewaarden uit te zetten tegen de aluminiumconcentratie.

5.4. Kwantitatieve analyse

Bepaal de extinctie van de monsteroplossing (5.1.1). Lees uit de ijkgrafiek de met deze extinctie overeenkomende aluminiumconcentratie af.

6. Berekening

Bereken het aluminiumgehalte van het monster als massapercentage met behulp van de volgende formule :

$$\% \text{ (m/m) aluminium} = \frac{c}{5 \cdot m}$$

waarbij

m = monsterinweeg in g (B.5.1.1), en

c = aluminiumconcentratie van de monsteroplossing (5.1.1) in $\mu\text{g/ml}$, afgelezen uit de ijkgrafiek.

7. Herhaalbaarheid (%)

Bij een aluminiumgehalte van 3,5 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,10 % (m/m) bedragen.

8. Opmerkingen

8.1. In plaats van vlam-atomaire-absorptiespectrometrie mag gebruik gemaakt worden van optische-emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma.

D. Kwantitatieve analyse van chloor

1. Doel en toepassingsgebied.

Deze methode is bruikbaar voor de kwantitatieve analyse van chloor als chloride-ion in aluminium-zirkoniumchloridhydroxide-complexen in niet-aërosolvormige antitranspiratiemiddelen.

2. Beginsel

Het chloridegehalte van het produkt wordt bepaald door potentiometrische titratie met een standaard-zilvernitraatoplossing.

3. Reagentia

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn.

3.1. Geconcentreerd salpeterzuur ($d_{20} = 1,42 \text{ g/ml}$).

3.2. Verdund salpeterzuur, 5 % (v/v): voeg onder voortdurend roeren in een bekersglas 25 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.1) toe aan 250 ml water. Breng de vloeistof over in een maatkolf van 500 ml en vul aan met water.

3.3. Aceton.

3.4. Zilvernitraat, standaardoplossing 0,1 M („AnalaR” of gelijkwaardig)

4. Apparatuur

4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.

4.2. Verwarmingsplaat met magneetroerder.

4.3. Zilverelektrode.

4.4. Kalomelreferentieëlektrode.

4.5. pH/millivoltmeter, geschikt voor potentiometrische titratie.

(¹) ISO 5725.

5. *Werkwijze*5.1. *Monstervoorbereiding*

- 5.1.1. Weeg in een bekeerglas van 250 ml circa 1,0 g van een homogeen monster van het produkt nauwkeurig af (= m gram). Voeg 80 ml water en 20 ml verdund salpeterzuur 5 % (v/v) (3.2) toe.
- 5.1.2. Plaats het bekeerglas op een verwarmingsplaat met magnetroerder (4.2). Verwarm onder roeren tot koken. Dek het bekeerglas af met een horlogeglas om verdamping tegen te gaan. Laat 5 minuten koken, neem het bekeerglas van de plaat en koel af tot kamertemperatuur.
- 5.1.3. Voeg 10 ml aceton (3.3) toe, plaats de elektroden (4.3 en 4.4) in de vloeistof en zet de roerder aan. Titreer potentiometrisch met 0,1 M zilvernitraatoplossing (3.4) en stel een titratiecurve op om het eindpunt (= V ml) te bepalen.

6. *Berekening*

Bereken het chloorgehalte van het monster als massapercentage met behulp van de volgende formule :

$$\% \text{ (m/m) chloor} = \frac{0,3545 \cdot V}{m}$$

waarbij

m = monsterinweeg in g (5.1.1), en

V = verbruikte hoeveelheid 0,1 M zilvernitraat in ml tot het eindpunt (5.1.3).

7. *Herhaalbaarheid (%)*

Bij een chloorgehalte van 4 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,10 % (m/m) bedragen.

E. Berekening van de verhouding tussen aluminium- en zirkoniumatomen, en tussen aluminium- plus zirkoniumatomen en chlooratomen

1. *Berekening van de verhouding tussen aluminium- en zirkoniumatomen*

Bereken de verhouding Al : Zr met behulp van de volgende formule :

$$\text{verhouding Al : Zr} = \frac{\text{Al \% (m/m)} \cdot 91,22}{\text{Zr \% (m/m)} \cdot 26,98}$$

2. *Berekening van de verhouding tussen aluminium- plus zirkoniumatomen en chlooratomen*

Bereken de verhouding (Al + Zr) : Cl met behulp van de volgende formule :

$$\text{verhouding (Al + Zr) : Cl} = \frac{\frac{\text{Al \% (m/m)}}{26,98} + \frac{\text{Zr \% (m/m)}}{91,22}}{\text{Cl \% (m/m)}} \cdot 35,45$$

XXXIV. KWALITATIEVE EN KWANTITATIEVE ANALYSE VAN HEXAMIDINE, DIBROOMHEXAMIDINE, DIBROOMPROPAMIDINE EN CHLOORHEXIDINE

1. *Doel en toepassingsgebied*

Het doel van deze methode is de kwalitatieve en kwantitatieve analyse van

- hexamidine en zouten daarvan, waaronder het isetionaat en het 4-hydroxybenzoesaat,
- dibroomhexamidine en zouten daarvan, waaronder het isetionaat,
- dibroompropamidine en zouten daarvan, waaronder het isetionaat, en
- chloorhexidinediacetaat, -digluconaat en -dihydrochloride in cosmetica.

2. *Definitie*

Het met deze methode bepaalde gehalte aan hexamidine, dibroomhexamidine, dibroompropamidine en chloorhexidine wordt uitgedrukt als massapercentage (% m/m) van het produkt.

3. *Beginsel*

De kwalitatieve en kwantitatieve bepaling wordt uitgevoerd met behulp van „reversed phase” ionenpaar-hogepreratieloeistofchromatografie (HPLC) met UV-spectrometrische detectie. Hexamidine, dibroomhexamidine, dibroompropamidine en chloorhexidine worden geïdentificeerd aan de hand van hun retentietijd.

(¹) Volgens ISO 5725.

4. *Reagentia*

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit en waar van toepassing geschikt voor HPLC zijn.

4.1. Methanol.

4.2. Natriumheptaan-1-sulfonaat-monohydraat.

4.3. Ijszijn ($d_{20} = 1,05$ g/ml).

4.4. Natriumchloride.

4.5. Mobiele fase

4.5.1. Eluens I: 0,005 M oplossing van natriumheptaan-1-sulfonaat-monohydraat (4.2) in methanol (4.1), met ijszijn (4.3) op een schijnbare pH van 3,5 gebracht.

4.5.2. Eluens II: 0,005 M oplossing van natriumheptaan-1-sulfonaat-monohydraat (4.2) in water, met ijszijn (4.3) op een pH van 3,5 gebracht.

Opmerking: om de vorm van de pieken te verbeteren kunnen de eluentia eventueel als volgt worden bereid:

— eluens I: los 5,84 g natriumchloride (4.4) en 1,1013 g natriumheptaan-1-sulfonaat-monohydraat (4.2) op in 100 ml water. Voeg 900 ml methanol (4.1) toe en breng met ijszijn (4.3) op een schijnbare pH van 3,5.

— eluens II: los 5,84 g natriumchloride (4.4) en 1,1013 g natriumheptaan-1-sulfonaat-monohydraat (4.2) op in 1 liter water en breng met ijszijn (4.3) op een pH van 3,5.

4.6. Hexamidediisetonaat [$C_{20}H_{36}N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_2S$].4.7. Dibroomhexamidediisetonaat [$C_{20}H_{34}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_2S$].4.8. Dibroompropamidediisetonaat [$C_{17}H_{28}Br_2N_4O_2 \cdot 2C_2H_6O_2S$].4.9. Chloorhexidinediacetaat [$C_{22}H_{40}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$].

4.10. Vergelijkingsoplossingen: bereid oplossingen van 0,05 % (m/v) van elk van de vier conserveermiddelen (4.6 tot en met 4.9) in eluens I (4.5.1).

4.11. 3,4,4'-Trichloorcarbanilide (triclocarban).

4.12. 4,4'-Dichloor-3-(trifluormethyl)carbanilide (halocarban).

5. *Apparatuur*

5.1. Gangbare laboratoriumuitrusting.

5.2. HPLC-apparaat, voorzien van een UV-detector met variabele golflengte.

5.3. Analytische kolom, roestvast staal, lengte 30 cm, inwendige diameter 4 mm, gevuld met μ -Bondapak- C_{18} , 10 μ m, of gelijkwaardig.

5.4. Ultrasoonbad.

6. *Kwalitatieve analyse*

6.1. Monstervoorbereiding

Weeg in een maatkolf van 10 ml circa 0,5 g monster af. Vul aan met eluens I (4.5.1). Plaats de kolf gedurende 10 minuten in een ultrasoonbad (5.4). Filtreer of centrifugeer de vloeistof. Gebruik het filtraat resp. de bovenstaande vloeistof voor de HPLC-bepaling.

6.2. HPLC-bepaling

6.2.1. Gradiënt van de mobiele fase

tijd (min)	eluens I (% v/v) (4.5.1)	eluens II (% v/v) (4.5.2)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

- 6.2.2. Stel het debiet van de mobiele fase (6.2.1) in op 1,5 ml/min en de kolomtemperatuur op 35 ° C.
- 6.2.3. Stel de detectiegolflengte in op 264 nm.
- 6.2.4. Injecteer telkens 10 µl van de vergelijkingsoplossingen (4.10) en neem het chromatogram op.
- 6.2.5. Injecteer 10 µl monsteroplossing (6.1) en neem het chromatogram op.
- 6.3. Ga na of hexamidine, dibroomhexamidine, dibroompropamidine of chloorhexidine aanwezig zijn door de retentietijd(en) van de in 6.2.5 gevonden pick(en) te vergelijken met die van de vergelijkingsoplossingen in 6.2.4.

7. Kwantitatieve bepaling

7.1. Bereiding van de standaardoplossingen

Gebruik een conserveermiddel (4.6 tot en met 4.9) dat niet in het monster voorkomt als interne standaard. Is dit niet mogelijk, gebruik dan triclocarban (4.11) of halocarban (4.12).

- 7.1.1. Stamoplossing van het in 6.3 gevonden conserveermiddel, 0,05 % (m/v) in eluens I (4.5.1).
- 7.1.2. Stamoplossing van het als interne standaard gekozen conserveermiddel, 0,05 % (m/v) in eluens I (4.5.1).
- 7.1.3. Bereid van elk gevonden conserveermiddel vier standaardoplossingen door de in onderstaande tabel aangegeven hoeveelheden stamoplossing van dit conserveermiddel (7.1.1) en de aangegeven hoeveelheid stamoplossing van de interne standaard (7.1.2) over te brengen in maatkolven van 10 ml. Vul de maatkolven aan met eluens I (4.5.1) en meng.

Standaardoplossing	Stamoplossing van de interne standaard	Stamoplossing van het gevonden conserveermiddel	
	ml (7.1.2) toegevoegd	ml (7.1.1) toegevoegd	µg/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

(°) Deze waarden zijn indicatief en komen overeen met de concentratie van het gevonden conserveermiddel in standaardoplossingen die bereid zijn uit een stamoplossing die exact 0,05 % van het desbetreffende conserveermiddel bevat.

7.2. Monstervoorbereiding

- 7.2.1. Weeg in een maatkolf van 10 ml circa 0,5 g monster nauwkeurig af (= p gram), voeg 1,0 ml interne standaardoplossing (7.1.2) en 6 ml eluens I (4.5.1) toe en meng.
- 7.2.2. Plaats de kolf gedurende 10 minuten in een ultrasoonbad (5.4). Laat afkoelen, vul aan met eluens I en meng. Centrifugeer de vloeistof of filtreer over een vouwfilter. Gebruik de bovenstaande vloeistof respectievelijk het filtraat voor de HPLC-bepaling.

7.3. HPLC-bepaling

- 7.3.1. Stel de gradiënt en het debiet van de mobiele fase, de kolomtemperatuur en de detectiegolflengte van de HPLC-apparatuur (5.2) in zoals bij de kwalitatieve bepaling (6.2.1 tot en met 6.2.3).
- 7.3.2. Injecteer 10 µl monsteroplossing (7.2.2) en bepaal de oppervlaktes van de pieken. Herhaal deze procedure steeds met 10 µl monsteroplossing totdat consistente resultaten worden verkregen. Bereken de verhouding van de piekoppervlaktes van de te bepalen verbinding en de interne standaard.

7.4. Ijkgrafiek

- 7.4.1. Injecteer telkens 10 µl van de verschillende standaardoplossingen (7.1.3) en bepaal de oppervlaktes van de pieken.
- 7.4.2. Bepaal voor elke standaardoplossing (7.1.3) de verhouding van de piekoppervlakte van respectievelijk hexamidine, dibroomhexamidine, dibroompropamidine of chloorhexidine tot die van de interne standaard. Maak een ijkgrafiek door de aldus bepaalde oppervlakteverhoudingen uit te zetten tegen de bijbehorende concentraties van het gevonden conserveermiddel in de standaardoplossingen, in microgram per milliliter.
- 7.4.3. Lees uit de ijkgrafiek (7.4.2) de concentratie van het gevonden conserveermiddel af die overeenkomt met de volgens 7.3.2 berekende verhouding van de piekoppervlaktes.

8. *Berekening*

- 8.1. Bereken het gehalte aan hexamidine, dibroomhexamidine, dibroompropamide of chloorhexidine in het monster als massapercentage met de volgende formule :

$$\% \text{ (m/m)} = \frac{c}{1000 \cdot p} \cdot \frac{MM_1}{MM_2}$$

waarin

p = monsterinweeg in gram (7.2.1),

c = concentratie van het conserveermiddel in de monsteroplossing, in microgram per milliliter, afgelezen uit de ijkgrafiek,

MM₁ = molecuulmassa van de basische vorm van het aangetoonde conserveermiddel, enMM₂ = molecuulmassa van het overeenkomstige zout (zie punt 10).9. *Herhaalbaarheid (%)*

Bij een gehalte aan hexamidine, dibroomhexamidine, dibroompropamide of chloorhexidine van 0,1 % (m/m) mag het verschil tussen de resultaten van twee parallel aan hetzelfde monster uitgevoerde bepalingen niet meer dan 0,005 % bedragen.

10. *Molecuulmassa's*

Hexamidine	C ₁₆ H ₁₆ N ₄ O ₂	354,45
Hexamidinediisetonaat	C ₂₀ H ₂₀ N ₄ O ₄ · 2C ₂ H ₄ O ₂	606,72
Hexamidinedi-4-hydroxybenzoaat	C ₂₀ H ₁₆ N ₄ O ₆ · 2C ₇ H ₆ O ₂	630,71
Dibroomhexamidine	C ₂₀ H ₁₂ Br ₂ N ₄ O ₂	512,24
Dibroomhexamidinediisetonaat	C ₂₄ H ₁₂ Br ₂ N ₄ O ₆ · 2C ₂ H ₄ O ₂	764,51
Dibroompropamide	C ₁₇ H ₁₈ Br ₂ N ₄ O ₂	470,18
Dibroompropamidinediisetonaat	C ₁₇ H ₁₄ Br ₂ N ₄ O ₆ · 2C ₂ H ₄ O ₂	722,43
Chloorhexidine	C ₂₂ H ₁₀ Cl ₂ N ₁₀	505,45
Chloorhexidinediacetaat	C ₂₂ H ₁₀ Cl ₂ N ₁₀ · 2C ₂ H ₄ O ₂	625,56
Chloorhexidinedigluconaat	C ₂₂ H ₁₀ Cl ₂ N ₁₀ · 2C ₆ H ₁₂ O ₆	897,76
Chloorhexidinedihydrochloride	C ₂₂ H ₁₀ Cl ₂ N ₁₀ · 2HCl	578,37

(1) Volgens ISO 5725.

Gezien om te worden gevoegd bij Ons besluit van 1 april 1996.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Volksgezondheid en Pensioenen,
M. COLLA

ANNEXE

XXIX. IDENTIFICATION ET DOSAGE DU NITRATE D'ARGENT
DANS LES PRODUITS COSMÉTIQUES

A. Identification

1. *Objet et champ d'application*

Cette méthode décrit l'identification du nitrate d'argent en tant qu'argent dans les produits cosmétiques aqueux.

2. *Principe*

L'argent est identifié par le précipité blanc caractéristique formé avec les ions chlorure.

3. *Réactifs*

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

3.1. Solution d'acide chlorhydrique 2 M

3.2. Solution d'ammoniaque : diluer une solution concentrée d'ammoniaque ($d_{20} = 0,88$ g/ml) en ajoutant la même quantité d'eau et mélanger.

3.3. Acide nitrique 2 M

4. *Appareillage*

4.1. Matériel courant de laboratoire

4.2. Centrifugeuse

5. *Mode opératoire*

5.1. Dans un tube à centrifuger, ajouter à environ 1 g d'échantillon quelques gouttes d'acide chlorhydrique 2 M (3.1) jusqu'à précipitation complète. Mélanger et centrifuger.

5.2. Éliminer le surnageant, laver le précipité avec 5 gouttes d'eau froide. Éliminer les produits de lavage.

5.3. Ajouter un volume d'eau égal à celui du précipité dans le tube. Chauffer jusqu'à ébullition et mélanger.

5.4. Centrifuger à chaud et éliminer le liquide surnageant.

5.5. Ajouter au précipité quelques gouttes de solution d'ammoniaque (3.2), mélanger, centrifuger et séparer.

5.6. Sur une lamelle de verre, ajouter à une goutte du liquide surnageant quelques gouttes d'acide nitrique 2 M dilué (3.3).

5.7. Un précipité blanc indique la présence d'argent.

B. Dosage

1. *Objet et champ d'application*

Cette méthode décrit le dosage du nitrate d'argent en tant qu'argent dans les produits cosmétiques destinés à colorer les cils ou les sourcils.

2. *Principe*

L'argent est dosé dans le produit par spectrométrie d'absorption atomique.

3. *Réactifs*

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

3.1. Solution d'acide nitrique (0,02 M)

3.2. Solutions d'argent titrées

3.2.1. Solution mère de nitrate d'argent : 1 000 µg/ml dans une solution d'acide nitrique 0,5 M (• Spectro-sol. • ou équivalent).

3.2.2. Solution diluée d'argent (100 µg/ml) : à l'aide d'une pipette, transférer 10 ml de la solution mère (3.2.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait avec une solution d'acide nitrique 0,02 M (3.1) et mélanger. Cette solution titrée doit être fraîchement préparée et stockée dans un flacon en verre teinté.

4. Appareillage

4.1. Matériel courant de laboratoire

4.2. Spectromètre d'absorption atomique équipé d'une lampe cathodique creuse à l'argent.

5. Mode opératoire

5.1. Préparation de l'échantillon

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, peser avec précision environ 0,1 g (m gramme) d'un échantillon homogène du produit, compléter au trait avec de l'acide nitrique 0,02 M (3.1) et mélanger.

5.2. Absorption atomique

Longueur d'onde : 338,3 nm

Flamme : air-acétylène

Correction de base : oui

Conditions de la combustion : pauvre. Pour une absorption maximale, il sera nécessaire d'optimiser les conditions de la combustion et la hauteur de la flamme.

5.3. Étalonnage

5.3.1. À l'aide d'une pipette, introduire respectivement : 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0 et 5,0 ml de la solution diluée d'argent (3.2.2) dans des fioles jaugées de 100 ml. Compléter au trait avec de l'acide nitrique (3.1) et mélanger. Les solutions étalons ainsi obtenues contiennent respectivement 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0 et 5,0 µg d'argent par millilitre.

5.3.2. Mesurer la valeur d'absorption de la solution d'acide nitrique 0,02 M (3.1). Cette valeur représente le blanc de la courbe étalon.

Mesurer l'absorption de chaque standard (5.3.1) et tracer la courbe reliant les valeurs d'absorption à la concentration en argent.

5.4. Dosage

Mesurer l'absorption de la solution échantillon (5.1). À l'aide de la courbe d'étalonnage, déduire la concentration en argent correspondant à la valeur d'absorption de la solution échantillon.

6. Calcul

Calculer la teneur en nitrate d'argent, en pourcentage de masse (% m/m) à l'aide de la formule :

$$\% \text{ (m/m) de nitrate d'argent} = \frac{1,5748 \times c}{10 \times m}$$

où :

m = masse, exprimée en grammes, de l'échantillon utilisé pour l'analyse (5.1),

c = concentration en argent de la solution échantillon (5.1), exprimée en microgrammes par millilitre, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage.

7. Répétabilité(*)

Pour une teneur en argent de 4 % (m/m), la différence entre les résultats des deux déterminations effectuées en parallèle sur le même échantillon ne devrait pas excéder 0,05 % (m/m).

XXX. IDENTIFICATION ET DOSAGE DU DISULFURE DE SELENIUM DANS LES SHAMPOOINGS ANTIPELLICULAIRES

A. Identification

1. Objet et champ d'application

Cette méthode concerne l'identification du disulfure de sélénium en tant que sélénium dans les shampooings antipelluculaires.

2. Principe

Le sélénium est mis en évidence par la couleur caractéristique jaune à orange produite par réaction avec l'urée et l'iodure de potassium.

(*) ISO 5725

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être analytiquement purs.

3.1. Acide nitrique concentré ($d_m = 1,42$ g/ml)

3.2. Urée

3.3. Solution d'iodure de potassium à 10 % (m/v) : dissoudre 10g d'iodure de potassium dans 100 ml d'eau

4. Appareillage

4.1. Matériel courant de laboratoire

4.2. Tubes de digestion de 100 ml

4.3. Bloc chauffant digesteur

4.4. Papier filtre (Whatman n° 42 ou équivalent) ou membrane filtrante de 0,45 μ m

5. Mode opératoire

5.1. Introduire environ 1 g de shampooing dans un tube de digestion (4.2), ajouter 2,5 ml d'acide nitrique concentré (3.1) et faire digérer à 150 °C pendant 30 minutes dans le bloc chauffant (4.3).

5.2. Diluer l'échantillon digéré avec 25 ml d'eau et filtrer à l'aide d'un filtre en papier ou sur membrane 0,45 μ m (4.4).

5.3. À 2,5 ml du filtrat, ajouter 5 ml d'eau et 2,5 g d'urée (3.2) puis porter à ébullition. Laisser refroidir, puis ajouter 1 ml de solution d'iodure de potassium (3.3).

5.4. Une couleur jaune à orange qui fonce rapidement au repos indique la présence de sélénium.

B. Dosage

1. Objet et champ d'application

Cette méthode est applicable au dosage du disulfure de sélénium en tant que sélénium dans les shampooings antipelliculaires contenant jusqu'à 4,5 % (m/m) de disulfure de sélénium.

2. Principe

L'échantillon est digéré à l'aide d'acide nitrique, puis la concentration en sélénium du digestat obtenu est évaluée par spectrométrie d'absorption atomique.

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être analytiquement purs.

3.1. Acide nitrique concentré ($d_m = 1,42$ g/ml)

3.2. Solution d'acide nitrique 5 % (v/v) : dans un becher, ajouter 50 ml d'acide nitrique concentré (3.1) à 500 ml d'eau en remuant constamment. Transférer cette solution dans une fiole jaugée d'un litre et compléter jusqu'au trait avec de l'eau.

3.3. Solution mère de sélénium, 1 000 μ g/ml dans une solution d'acide nitrique 0,5 M (SpectrosoL ou équivalent).

4. Appareillage

4.1. Équipement normal de laboratoire

4.2. Tube de digestion de 100 ml

4.3. Bloc chauffant digesteur

4.4. Papier filtre (Whatman n° 42 ou équivalent) ou membrane filtrante 0,45 μ m.

4.5. Spectromètre d'absorption atomique avec lampe à cathode creuse au sélénium.

5. *Mode opératoire*

5.1. Préparation de l'échantillon

- 5.1.1. Peser avec précision environ 0,2 g (m gramme) d'un échantillon homogène de shampooing et l'introduire dans le tube de digestion (4.2).
- 5.1.2. Ajouter 5 ml d'acide nitrique concentré (3.1) et faire digérer à 150 °C pendant une heure dans un bloc chauffant (4.3).
- 5.1.3. Laisser refroidir la solution, puis diluer avec 100 ml d'eau. Filtrer à l'aide d'un filtre en papier ou sur membrane 0,45 µm (4.4) et conserver le filtrat pour le dosage.

5.2. Conditions de l'absorption atomique

Flamme : air-acétylène

Longueur d'onde : 196 nm

Correction de base : oui

Conditions du combustible : pauvre. Pour une absorbance maximale, il sera nécessaire d'optimiser la hauteur du brûleur et les conditions du combustible.

5.3. Étalonnage

- 5.3.1. Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0 et 5,0 ml de la solution mère titrée de sélénium (3.3). Compléter au trait avec une solution d'acide nitrique 5 % (v/v) (3.2) et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 10, 20, 30, 40 et 50 µg de sélénium par millilitre.
- 5.3.2. Mesurer l'absorption de la solution d'acide nitrique 5 % (v/v) (3.2) et utiliser cette valeur comme zéro de la concentration en sélénium pour la courbe d'étalonnage. Mesurer l'absorption de chaque solution standard (5.3.1). Tracer une courbe d'étalonnage reliant la valeur d'absorption à la concentration en sélénium.

5.4. Dosage

Mesurer l'absorption de la solution échantillon (5.1.3). À l'aide de la courbe d'étalonnage, déduire la concentration de sélénium correspondant à la valeur d'absorption obtenue.

6. *Calcul*

Calculer la teneur en disulfure de sélénium, en pourcentage de masse (% m/m) à l'aide de la formule :

$$\% \text{ (m/m) de disulfure de sélénium} = \frac{1,812 \times c}{100 \times m}$$

où :

m = masse exprimée en grammes de l'échantillon utilisé pour l'analyse (5.1.1),

c = concentration de sélénium de l'échantillon, exprimée en microgrammes par millilitre, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage.

7. *Répétabilité*(¹⁾)

Pour une teneur en disulfure de sélénium de 1 % (m/m), la différence entre les résultats des deux déterminations effectuées en parallèle sur le même échantillon ne devrait pas excéder 0,05 % (m/m).

**XXXI. DOSAGE DU BARYUM ET DU STRONTIUM SOLUBLES
DANS DES PIGMENTS SE PRESENTANT SOUS FORME DE SELS OU DE LAQUES**

A. Dosage du baryum soluble

1. *Objet et champ d'application*

Cette méthode décrit l'extraction et le dosage du baryum soluble présent dans des pigments se présentant sous forme de sels ou de laques.

2. *Principe*

Le pigment est extrait à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique 0,07 M dans des conditions définies et la quantité de baryum soluble présente dans le solvant d'extraction est dosée par spectrométrie d'absorption atomique.

⁽¹⁾ ISO 5725

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

3.1. Éthanol absolu

3.2. Solution d'acide chlorhydrique 0,07 M

3.3. Solution d'acide chlorhydrique 0,5 M

3.4. Solution de chlorure de potassium 8 % (m/v) : dissoudre 16 g de chlorure de potassium dans 200 ml de solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2).

3.5. Solutions titrées de baryum

3.5.1. Solution mère de baryum à 1 000 µg/ml dans une solution d'acide nitrique 0,5 M (• SpectrosoL • ou équivalent)

3.5.2. Solution diluée de baryum à 200 µg/ml : introduire à l'aide d'une pipette 20,0 ml de solution mère de baryum (3.5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait avec une solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2) et mélanger.

4. Appareillage

4.1. Matériel courant de laboratoire

4.2. pH-mètre d'une précision de $\pm 0,02$ unité

4.3. Agitateur mécanique à arbre oscillant

4.4. Membrane filtrante de porosité 0,45 µm

4.5. Spectromètre d'absorption atomique à lampe à cathode creuse au baryum

5. Mode opératoire

5.1. Préparation de l'échantillon

5.1.1. Peser avec précision environ 0,5 g (m gramme) de pigment dans une fiole conique qui offre un volume suffisant pour une agitation efficace (ne pas utiliser de fiole de volume inférieur à 150 ml).

5.1.2. À l'aide d'une pipette, ajouter 1,0 ml d'éthanol (3.1) et faire tourner la fiole de façon à ce que le pigment soit complètement mouillé. À l'aide d'une burette ajouter la quantité de solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2) nécessaire pour obtenir un rapport volume d'acide/masse de pigment d'exactement 50 millilitres par gramme. Le volume total du solvant d'extraction, y compris l'éthanol, correspond à V ml. Agiter le contenu de la fiole pendant 5 secondes pour assurer un mélange intime des différents éléments.

5.1.3. À l'aide d'un pH-mètre (4.2), mesurer le pH de la suspension obtenue, et s'il est supérieur à 1,5 ajouter goutte à goutte la solution d'acide chlorhydrique 0,5 M (3.3) jusqu'à ce que le pH soit compris entre 1,4 et 1,5.

5.1.4. Boucher et agiter immédiatement la fiole pendant 60 minutes à l'aide d'un agitateur (4.3). Cet agitateur doit être actionné à une vitesse suffisante pour produire de la mousse. Filtrer sur membrane de porosité 0,45 µm (4.4) et récupérer le filtrat (ne pas centrifuger avant filtration). À l'aide d'une pipette, introduire 5,0 ml du filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml et ajuster au trait avec la solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2), puis mélanger. Cette solution est également utilisée pour la détermination du strontium (partie B).

5.1.5. Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 5,0 ml de solution de chlorure de potassium (3.4) et une partie aliquote (W_{10} , ml) de filtrat dilué (5.1.4) suffisante pour obtenir une concentration comprise entre 3 et 10 µg par millilitre (10 ml devraient constituer un point de départ satisfaisant). Ajuster au trait avec la solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2) et mélanger.

5.1.6. Déterminer la concentration en baryum du filtrat (5.1.5) par spectrométrie d'absorption atomique extemporanément.

5.2. Conditions de l'absorption atomique

Flamme : protoxyde d'azote/acétylène

Longueur d'onde : 553,5 nm

Correction de base : non

Conditions du combustible : pauvre. Pour une absorbance maximale, il sera nécessaire d'optimiser la hauteur du brûleur et les conditions du combustible.

5.3. Étalonnage

5.3.1. Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0 et 5,0 ml de solution diluée de baryum (3.5.2), puis 5,0 ml de solution de chlorure de potassium (3.4). Compléter au trait avec la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 2,0 ; 4,0 ; 6,0 ; 8,0 et 10,0 µg de baryum par millilitre.

Parallèlement préparer un blanc sans baryum.

5.3.2. Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à blanc (5.3.1) et utiliser la valeur obtenue comme zéro de concentration en baryum pour la courbe d'étalonnage. Mesurer l'absorption de chaque solution standard (5.3.1). Tracer la courbe d'étalonnage reliant les valeurs d'absorption à la concentration en baryum.

5.4. Dosage

Mesurer l'absorption de la solution échantillon (5.1.5). À l'aide de la courbe d'étalonnage, déduire la concentration en baryum correspondant à la valeur d'absorption obtenue.

6. Calcul

La teneur en baryum soluble (% m/m) du pigment s'obtient à l'aide de la formule :

$$\% \text{ (m/m) de baryum soluble} = \frac{c \times V}{10W_{10} \times m}$$

où :

m = masse, exprimée en grammes, de l'échantillon utilisé pour l'analyse (5.1.1),

c = concentration en baryum de la solution échantillon (5.1.5), exprimée en microgrammes par millilitre, obtenue à l'aide de la courbe d'étalonnage,

V = volume total du solvant d'extraction exprimé en millilitres (5.1.2),

W₁₀ = volume d'extrait en ml prélevé en 5.1.5.

7. Répétabilité

La meilleure estimation possible pour la répétabilité (ISO 5725) de cette méthode est de 0,30 % pour une teneur en baryum soluble de 2 % (m/m).

8. Remarques

8.1. Dans certaines conditions, l'absorption du baryum peut être augmentée par la présence de calcium ; cela peut être contrecarré par l'addition d'ions Mg à la concentration de 5 g/l⁽¹⁾.

8.2. L'utilisation de la spectrométrie à plasma à couplage inductif est autorisée en remplacement de la spectrométrie d'absorption atomique à flamme.

B. Dosage du strontium soluble

1. Objet et champ d'application

Cette méthode décrit l'extraction et le dosage du strontium soluble présent dans des pigments se présentant sous forme de sels ou de laques.

2. Principe

Le pigment est extrait à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique 0,07 M dans des conditions définies, et la quantité de strontium soluble présente dans le solvant d'extraction est dosée par spectrométrie d'absorption atomique.

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

3.1. Éthanol absolu

3.2. Solution d'acide chlorhydrique 0,07 M

3.3. Solution de chlorure de potassium 8 % (m/v) : dissoudre 16 g de chlorure de potassium dans 200 ml de solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2)

⁽¹⁾ Magnesium as modifier for the determination of baryum by flame atomic emission spectrometry, Jettow M. et al. — Analytical Proceedings, 1991, 28, 40.

3.4. Solutions titrées de strontium

- 3.4.1. Solution mère de strontium, à 1 000 µg/ml dans une solution d'acide nitrique 0,5 M (• SpectroSol • ou équivalent)
- 3.4.2. Solution diluée de strontium à 100 µg/ml : introduire à l'aide d'une pipette 10,0 ml de solution mère de strontium (3.4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait avec une solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2) et mélanger.

4. *Appareillage*

- 4.1. Matériel courant de laboratoire
- 4.2. Filtre à membrane de porosité 0,45 µm
- 4.3. Spectromètre d'absorption atomique à lampe à cathode creuse au strontium

5. *Mode opératoire*

5.1. Préparation de l'échantillon

La solution préparée en A 5.1.4 est utilisée pour doser le contenu en strontium soluble.

- 5.1.1. Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 5,0 ml de solution de chlorure de potassium (3.3) et une partie aliquote (W_s , ml) de filtrat dilué (A 5.1.4) suffisante pour obtenir une concentration en strontium comprise entre 2 et 5 µg par millilitre (25 ml devraient constituer un point de départ satisfaisant). Compléter au trait avec la solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2) et mélanger.
- 5.1.2. Déterminer la concentration en strontium du filtrat (5.1.1) par spectrométrie d'absorption atomique extemporanément.

5.2. Conditions de l'absorption atomique

Flamme : protoxyde d'azote/acétylène

Longueur d'onde : 460,7 nm

Correction de base : non

Conditions du combustible : pauvre. Pour une absorbance maximale, il sera nécessaire d'optimiser la hauteur du brûleur et les conditions du combustible.

5.3. Étalonnage

- 5.3.1. Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0 et 5,0 ml de solution diluée de strontium (3.4.2). Introduire à l'aide d'une pipette 5,0 ml de solution de chlorure de potassium (3.3) et compléter au trait avec la solution d'acide chlorhydrique 0,07 M (3.2) et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 1,0 ; 2,0 ; 4,0 ; 5,0 µg de strontium par millilitre. Parallèlement préparer un blanc sans strontium.
- 5.3.2. Mesurer l'absorption du blanc et utiliser la valeur obtenue comme zéro de concentration en strontium pour la courbe d'étalonnage. Mesurer l'absorption de chaque solution standard (5.3.1). Tracer la courbe d'étalonnage reliant les valeurs d'absorption à la concentration en strontium.

5.4. Dosage

Mesurer l'absorption de la solution échantillon (5.1.1). À l'aide de la courbe d'étalonnage, déduire la concentration en strontium correspondant à la valeur d'absorption obtenue.

6. *Calcul*

La teneur en strontium soluble (% m/m) du pigment s'obtient à l'aide de la formule :

$$\% \text{ (m/m) de strontium soluble} = \frac{c \times V}{10W_s \times m}$$

où :

m = masse, exprimée en grammes, de l'échantillon utilisé pour l'analyse (A 5.1.1),

c = concentration en strontium de la solution échantillon (5.1.1), exprimée en microgrammes par millilitre, obtenue à l'aide de la courbe d'étalonnage,

V = volume total du solvant d'extraction exprimé en millilitres (5.1.2),

W_s = volume d'extrait en ml prélevé en 5.1.1.

7. *Répétabilité*

La meilleure estimation possible pour la répétabilité (ISO 5725) de cette méthode est de 0,09 % pour une teneur en strontium soluble de 0,6 % (m/m).

8. Remarque

L'utilisation de la spectrométrie à plasma à couplage inductif est autorisée en remplacement de la spectrométrie d'absorption atomique à flamme.

**XXXII. IDENTIFICATION ET DOSAGE DE L'ALCOOL BENZYLIQUE
DANS LES PRODUITS COSMETIQUES****A. Identification****1. Objet et champ d'application**

Cette méthode décrit l'identification de l'alcool benzylique dans les produits cosmétiques.

2. Principe

L'alcool benzylique est identifié par chromatographie sur couche mince de gel de silice.

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

3.1. Alcool benzylique**3.2. Chloroforme****3.3. Éthanol absolu****3.4. n-Pentane****3.5. Solvant d'éluion : oxyde de diéthyle****3.6. Solution titrée d'alcool benzylique : introduire 0,1 g d'alcool benzylique (3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au trait avec de l'éthanol (3.3) et mélanger.****3.7. Plaques de chromatographie sur couche mince en verre, dimensions 100 mm × 200 mm ou 200 mm × 200 mm recouvertes d'une couche de gel de silice 60 F₂₅₄ (épaisseur 0,25 mm)****3.8. Révélateur : acide 12-molybdophosphorique 10 % (m/v) dans de l'éthanol (3.3)****4. Appareillage****4.1. Équipement de chromatographie sur couche mince****4.2. Cuve de chromatographie avec chambre à deux bacs, dimensions hors tout environ 80 mm × 230 mm × 240 mm****4.3. Papier pour chromatographie : Whatman ou équivalent****4.4. Lampe UV, longueur d'onde : 254 nm.****5. Mode opératoire****5.1. Préparation de l'échantillon**

Peser 1,0 g du produit à analyser et le placer dans une fiole jaugée de 10 ml. Ajouter 3 ml de chloroforme (3.2) et agiter vigoureusement jusqu'à dispersion du produit. Compléter au trait avec de l'éthanol (3.3) et agiter vigoureusement afin d'obtenir une solution la plus claire possible.

5.2. Chromatographie sur couche mince

5.2.1. Saturer la cuve de chromatographie (4.2) avec du n-pentane (3.4) en procédant de la manière suivante : recouvrir la paroi de la chambre adjacente au bac arrière avec du papier pour chromatographie (4.3) en veillant à ce que le bord inférieur du papier plonge dans le bac. Transférer 25 ml de n-pentane (3.4) dans le bac arrière, en le versant sur la surface du revêtement de papier. Replacer immédiatement le couvercle et laisser reposer pendant 15 minutes.

5.2.2. Déposer 10 µl de solution échantillon (5.1) et 10 µl de solution standard (3.6). Sur la ligne de dépôt (3.7), laisser sécher.

5.2.3. À l'aide d'une pipette, introduire 10 ml d'oxyde de diéthyle (3.5) dans le bac avant de la cuve et placer immédiatement la plaque (5.2.2) dans ce bac. Replacer immédiatement le couvercle sur la cuve et développer la plaque sur 150 mm. Retirer la plaque de la cuve et laisser sécher à température ambiante.

5.2.4. Observer la plaque (5.2.3) sous UV et marquer la position des taches violettes. Vaporiser sur la plaque le réactif révélateur (3.8) puis chauffer à 120 °C pendant une quinzaine de minutes. L'alcool benzylique apparaît sous forme d'une tache bleu foncé.

5.2.5. Calculer le R_f obtenu avec la solution standard d'alcool benzylique. Une tache bleu foncé avec même R_f obtenue avec la solution échantillon, confirme la présence d'alcool benzylique.

Limite de détection : 0,1 µg d'alcool benzylique.

B. Dosage

1. Objet et champ d'application

Cette méthode décrit le dosage de l'alcool benzylique dans les produits cosmétiques.

2. Définition

La quantité d'alcool benzylique déterminée par cette méthode est exprimée en pourcentage de masse (% m/m).

3. Principe

L'échantillon est extrait à l'aide de méthanol et la quantité d'alcool benzylique présente dans l'extrait est dosée par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP).

4. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et convenir pour la CLHP.

4.1. Méthanol

4.2. 4-Éthoxyphénol

4.3. Alcool benzylique

4.4. Phase mobile : méthanol (4.1)/eau (45 : 55 ; v/v)

4.5. Solution mère d'alcool benzylique : peser avec précision environ 0,1 g d'alcool benzylique (4.3) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait avec du méthanol (4.1) puis mélanger.

4.6. Solution d'étalon interne : peser avec précision environ 0,1 g de 4-éthoxyphénol (4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait avec du méthanol (4.1) puis mélanger.

4.7. Solutions étalons : dans une série de fioles jaugées de 25 ml, introduire à l'aide d'une pipette les volumes de solution mère d'alcool benzylique (4.5) et de solution d'étalon interne (4.6) conformément au tableau ci-dessous. Compléter ensuite jusqu'au trait avec du méthanol (4.1) et mélanger.

Solution étalon	Alcool benzylique		4-Éthoxyphénol	
	ml (4.5) ajoutés	µg/ml (*)	ml (4.6) ajoutés	µg/ml (*)
I	0,5	20	2,0	80
II	1,0	40	2,0	80
III	2,0	80	2,0	80
IV	3,0	120	2,0	80
V	5,0	200	2,0	80

(*) Ces valeurs sont données à titre indicatif et correspondent aux concentrations des solutions mères préparées à l'aide de solutions d'alcool benzylique (4.5) et de 4-éthoxyphénol (4.6) contenant exactement 0,1 % (m/v) d'alcool benzylique et 0,1 % (m/v) de 4-éthoxyphénol, respectivement.

5. Appareillage

5.1. Équipement normal de laboratoire

5.2. Équipement de chromatographie haute performance avec détecteur ultraviolet à longueur d'onde variable et boucle d'injection de 10 µl

5.3. Colonne en acier inoxydable, 250 mm × 4,6 mm, remplie avec du Spherisorb ODS 5 µm ou équivalent.

5.4. Bain-marie

5.5. Bain à ultrasons

5.6. Centrifugeuse

5.7. Tubes de centrifugations de capacité 15 ml

6. Mode opératoire

6.1. Préparation de l'échantillon

6.1.1. Peser avec précision environ 0,1 g (m gramme) d'échantillon dans un tube à centrifuger (5.7) et ajouter 5 ml de méthanol (4.1).

6.1.2. Chauffer pendant 10 minutes au bain-marie (5.4) à 50 °C puis placer dans un bain à ultrasons (5.5) jusqu'à dispersion complète de l'échantillon.

6.1.3. Laisser refroidir puis centrifuger à 3 500 t/m pendant 5 minutes.

6.1.4. Transférer le liquide surnageant dans une fiole jaugée de 25 ml.

6.1.5. Procéder à une nouvelle extraction de l'échantillon à l'aide de 5 ml supplémentaires de méthanol (4.1). Combiner les extraits obtenus dans la fiole jaugée de 25 ml.

6.1.6. Introduire à l'aide d'une pipette 2,0 ml de solution d'étalon interne (4.6) dans la fiole jaugée de 25 ml (6.1.5). Compléter au trait avec du méthanol (4.1) et mélanger. Cette solution est utilisée lors de l'analyse par chromatographie décrite au point 6.4.

6.2. Chromatographie

6.2.1. Installer l'équipement de chromatographie en phase liquide à haute performance (5.2) de la manière habituelle. Régler le débit de la phase mobile (4.4) à 2,0 ml par minute.

6.2.2. Régler la longueur d'onde du détecteur UV (5.2) à 210 nm.

6.3. Étalonnage

6.3.1. Injecter 10 µl de chaque solution étalon (4.7) et mesurer les surfaces des pics d'alcool benzylique et de 4-éthoxyphénol.

6.3.2. Pour chaque concentration de solution étalon (4.7), calculer le rapport entre les surfaces des pics d'alcool benzylique et de 4-éthoxyphénol. Tracer la courbe d'étalonnage avec ces rapports en ordonnée et en abscisse les concentrations correspondantes d'alcool benzylique exprimées en µg par millilitre.

6.4. Dosage

6.4.1. Injecter 10 µl de solution échantillon (6.1.6) et mesurer les surfaces des pics d'alcool benzylique et de 4-éthoxyphénol. Calculer le rapport entre les surfaces. Répéter l'opération avec 10 µl de la solution échantillon jusqu'à obtention de résultats cohérents.

6.4.2. À l'aide de la courbe d'étalonnage 6.3.2, déduire la concentration en alcool benzylique correspondant au rapport entre les surfaces des pics d'alcool benzylique et de 4-éthoxyphénol.

7. Calcul

Calculer la teneur en alcool benzylique de l'échantillon en pourcentage de masse à l'aide de la formule :

$$\% \text{ (m/m) d'alcool benzylique} = \frac{c}{400 \times m}$$

où

m = masse, exprimée en grammes, de l'échantillon utilisé pour l'analyse (6.1.1).

c = concentration en alcool benzylique dans la solution échantillon 6.1.6, exprimée en microgrammes par millilitre, obtenue à l'aide de la courbe d'étalonnage.

8. Répétabilité (%)

Pour une teneur en alcool benzylique de 1 % (m/m), la différence entre les résultats de deux dosages effectués en parallèle sur le même échantillon ne devrait pas excéder 0,10 %

**XXXIII. IDENTIFICATION DU ZIRCONIUM ET DETERMINATION DU ZIRCONIUM,
DE L'ALUMINIUM ET DU CHLORE
DANS LES ANTISUDORAUX AUTRES QUE LES AEROSOLS**

La méthode comprend cinq étapes :

- A. Identification du zirconium
- B. Détermination du zirconium
- C. Détermination de l'aluminium
- D. Détermination du chlore
- E. Calcul des rapports des atomes de zirconium avec les atomes d'aluminium, et des atomes de zirconium et d'aluminium avec les atomes de chlore

A. Identification du zirconium

1. *Objet et champ d'application*

La présente méthode concerne l'identification du zirconium dans les produits cosmétiques antisudoraux autres que les aérosols. Il n'a pas été envisagé de méthodes pour l'identification du complexe hydroxyde chlorure d'aluminium zirconium $[Al,Zr(OH)_2Cl_n \cdot nH_2O]$.

2. *Principe*

Le zirconium est identifié par le précipité rouge-violet caractéristique produit avec de l'alizarine S en milieu fortement acide.

3. *Réactifs*

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique.

- 3.1. Acide chlorhydrique concentré ($d_{20} = 1,18$ g/ml)
- 3.2. Solution d'alizarine S (Cl. 58005): alizarine sulfonate de sodium aqueux à 2 % (m/v).

4. *Appareillage*

- 4.1. Équipement usuel de laboratoire

5. *Mode opératoire*

- 5.1. Ajouter 2 ml d'eau à environ 1 g d'échantillon dans un tube à essai. Boucher et agiter.
- 5.2. Ajouter trois gouttes de solution d'alizarine S (3.2), puis 2 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.1). Boucher et agiter.
- 5.3. Laisser reposer pendant environ 2 minutes.
- 5.4. Un précipité rouge-violet surnageant indique la présence de zirconium.

B. Détermination du zirconium

1. *Objet et champ d'application*

La présente méthode convient pour la détermination du zirconium dans des complexes hydroxydes de chlorure d'aluminium zirconium, jusqu'à une concentration de 7,5 % maximum de zirconium dans des antisudoraux autres que des aérosols.

2. *Principe*

Le zirconium est extrait du produit en milieu acide, et déterminé par spectrométrie d'absorption atomique.

3. *Réactifs*

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique.

- 3.1. Acide chlorhydrique concentré ($d_{20} = 1,18$ g/ml)
- 3.2. Solution d'acide chlorhydrique, 10 % (v/v): ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.1) à 500 ml d'eau dans un becher, en remuant continuellement. Transférer cette solution dans une fiole jaugée d'un litre, et compléter au trait avec de l'eau.
- 3.3. Réserve de solution titrée de zirconium, 1 000 $\mu\text{g/ml}$ dans une solution d'acide chlorhydrique 0,5 M (« Spectrosol. » ou équivalent)

- 3.4. Réactif, chlorure d'aluminium (hydraté) $[AlCl_3 \cdot 6H_2O]$: dissoudre 22,6 g d'hexahydrate de chlorure d'aluminium dans 250 ml de solution d'acide chlorhydrique 10 % (3.2).
- 3.5. Réactif, chlorure d'ammonium: dissoudre 5,0 g de chlorure d'ammonium dans 250 ml de solution d'acide chlorhydrique 10 % (v/v) (3.2).

4. Appareillage

- 4.1. Équipement normal de laboratoire
- 4.2. Plaque chauffante à agitation magnétique
- 4.3. Papier filtre (Whatman n° 41 ou équivalent)
- 4.4. Spectrophotomètre d'absorption atomique à lampe à cathode creuse au zirconium

5. Mode opératoire

5.1. Préparation des échantillons

- 5.1.1. Peser avec précision approximativement 1,0 g (m gramme) d'un échantillon homogène du produit dans un becher de 150 ml. Ajouter 40 ml d'eau et 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.1).
- 5.1.2. Placer le becher sur une plaque chauffante à agitation magnétique (4.2). Commencer l'agitation et chauffer jusqu'à ébullition. Pour éviter un dessèchement rapide, placer un verre de montre sur le becher. Laisser bouillir 5 minutes, retirer le becher de la plaque et laisser refroidir à température ambiante.
- 5.1.3. À l'aide du papier filtre (4.3), filtrer le contenu du becher dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher avec deux portions de 10 ml d'eau, et ajouter les eaux de rinçage dans la fiole après filtration. Compléter au trait avec de l'eau et mélanger. Cette solution sert également à la détermination de l'aluminium (partie C).
- 5.1.4. Dans une fiole jaugée de 50 ml, transférer à l'aide d'une pipette 20,00 ml de solution titrée (5.1.3), 5,00 ml de réactif chlorure d'aluminium (3.4), et 5,00 ml de réactif chlorure d'ammonium (3.5). Compléter au trait avec la solution d'acide chlorhydrique 10 % (v/v) (3.2) et mélanger.

5.2. Conditions de la spectrométrie d'absorption moléculaire

Flamme: oxyde d'azote/acétylène

Longueur d'onde: 360,1 nm

Correction de base: non

Conditions du combustible: riche. Pour une absorbance maximale, il sera nécessaire d'optimiser la hauteur du brûleur et les conditions du combustible.

5.3. Étalonnage

- 5.3.1. Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, transférer à l'aide d'une pipette 5,00; 10,00; 15,00; 20,00 et 25,00 ml de la réserve de solution titrée de zirconium (3.3). Dans chaque fiole jaugée, transférer à l'aide d'une pipette 5,00 ml de réactif chlorure d'aluminium (3.4) et 5,00 ml de réactif chlorure d'ammonium (3.5). Compléter au trait avec la solution d'acide chlorhydrique 10 % (v/v) (3.2) et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 100, 200, 300, 400 et 500 µg de zirconium par millilitre. Préparer de la même façon une solution d'essai à blanc, en omettant seulement le zirconium.
- 5.3.2. Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à blanc (5.3.1) et prendre la valeur obtenue comme concentration zéro de zirconium pour la courbe d'étalonnage. Mesurer l'absorbance de chaque solution titrée d'étalonnage de zirconium (5.3.1). Tracer la courbe d'étalonnage en reliant les valeurs d'absorbance à la concentration en zirconium.

5.4. Détermination

Mesurer l'absorbance de la solution d'échantillon (5.1.4). Relever sur la courbe d'étalonnage la concentration en zirconium correspondant à la valeur d'absorbance obtenue.

6. Calcul

Calculer le taux de zirconium, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule:

$$\% (m/m) \text{ de zirconium} = \frac{c}{40 \times m}$$

où:

m = masse en grammes de l'échantillon utilisé pour l'analyse (5.1.1)

et

c = concentration de zirconium dans la solution d'échantillon (5.1.4), en microgrammes par millilitre, obtenue à l'aide de la courbe d'étalonnage.

7. *Réplétabilité (*)*

Pour un taux de zirconium de 3,00 % (m/m), la différence entre les résultats de deux déterminations menées en parallèle sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,10 % (m/m).

8. *Remarque*

L'utilisation de la spectrométrie à plasma à couplage inductif est autorisée en remplacement de la spectrométrie d'absorption atomique à flamme.

C. Détermination de l'aluminium1. *Objet et champ d'application*

La présente méthode convient pour la détermination de l'aluminium présent dans les complexes hydroxydes de chlorure d'aluminium zirconium, jusqu'à une concentration de 12 % maximum (m/m) dans les antisudoraux autres que les aérosols.

2. *Principe*

L'aluminium est extrait du produit en milieu acide et déterminé par spectrométrie d'absorption atomique.

3. *Réactifs*

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

3.1. Acide chlorhydrique concentré ($d_m = 1,18$ g/ml)

3.2. Solution d'acide chlorhydrique 1 % (v/v) : ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (3.1) à 500 ml d'eau dans un becher, en remuant continuellement. Transférer cette solution dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter au trait avec de l'eau.

3.3. Réserve de solution titrée d'aluminium, 1 000 µg/ml dans une solution d'acide nitrique 0,5 M (= Spectrosol + ou équivalent).

3.4. Réactif, chlorure de potassium : dissoudre 10,0 g de chlorure de potassium dans 250 ml de solution d'acide chlorhydrique 1 % (v/v) (3.2).

4. *Appareillage*

4.1. Équipement normal de laboratoire

4.2. Spectrophotomètre d'absorption atomique avec lampe à cathode creuse à l'aluminium

5. *Mode opératoire*

5.1. Préparation de l'échantillon

La solution préparée sous B.5.1.3 est utilisée pour déterminer le taux d'aluminium.

5.1.1. Dans une fiole jaugée de 100 ml, transférer à l'aide d'une pipette 5,00 ml de solution échantillon (B.5.1.3) et 10,00 ml du réactif chlorure de potassium (3.4). Compléter au trait avec 1 % (v/v) de solution d'acide chlorhydrique (3.2) et mélanger.

5.2. Conditions de la spectrométrie d'absorption atomique

Flamme : oxyde d'azote/acétylène

Longueur d'onde : 309,3 nm

Correction de base : non

Conditions du combustible : riche. Pour une absorbance maximale, il sera nécessaire d'optimiser la hauteur du brûleur et les conditions du combustible.

5.3. *Étalonnage*

5.3.1. Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, transférer à l'aide d'une pipette 1,00 ; 2,00 ; 3,00 ; 4,00 et 5,00 ml de la réserve de solution titrée d'aluminium (3.3). Dans chaque fiole jaugée, transférer à l'aide d'une pipette 10,00 ml de réactif chlorure de potassium (3.4) et compléter au trait avec la solution d'acide chlorhydrique (3.2) 1 % (v/v) et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 10, 20, 30, 40 et 50 µg d'aluminium par millilitre.

Préparer de la même façon une solution d'essai à blanc, en omettant seulement la solution titrée d'aluminium.

(*) ISO 5725

5.3.2. Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à blanc (5.3.1) et prendre la valeur obtenue comme la concentration zéro en aluminium pour la courbe d'étalonnage. Mesurer l'absorbance de chaque solution titrée d'étalonnage d'aluminium. Tracer la courbe d'étalonnage en reliant les valeurs d'absorbance à la concentration en aluminium.

5.4. Détermination

Mesurer l'absorbance de la solution échantillon (5.1.1). Relever sur la courbe d'étalonnage la concentration en aluminium correspondant à la valeur d'absorbance obtenue.

6. Calcul

Calculer le taux d'aluminium de l'échantillon, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\% \text{ (m/m) d'aluminium} = \frac{c}{5 \times m}$$

où :

m = masse en grammes de l'échantillon utilisé pour l'analyse (B.5.1.1)

et

c = concentration d'aluminium dans la solution échantillon (5.1.1), en microgrammes par millilitre, obtenue à l'aide de la courbe d'étalonnage.

7. Répétabilité (%)

Pour un taux d'aluminium de 3,5 % (m/m), la différence entre deux déterminations menées en parallèle sur le même échantillon ne devrait pas excéder 0,10 % (m/m).

8. Remarque

L'utilisation de la spectrométrie à plasma à couplage inductif est autorisée en remplacement de la spectrométrie d'absorption atomique à flamme.

D. Détermination du chlore

1. Objet et champ d'application

La présente méthode convient pour la détermination du chlore présent sous forme d'ions chlorures dans les complexes hydroxydes de chlorure d'aluminium zirconium dans les antisudoraux autres que les aérosols.

2. Principe

Le chlorure du produit est déterminé par titration potentiométrique par rapport à une solution titrée de nitrate d'argent.

3. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique

3.1. Acide nitrique concentré ($d_{20} = 1,42 \text{ g/ml}$)

3.2. Solution d'acide nitrique, 5 % (v/v). ajouter 25 ml d'acide nitrique concentré (3.1) à 250 ml d'eau dans un becher, en agitant continuellement. Transférer cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait avec de l'eau.

3.3. Acétone

3.4. Nitrate d'argent, solution titrée 0,1 M (AnalaR ou équivalent)

4. Appareillage

4.1. Équipement normal de laboratoire

4.2. Plaque chauffante à agitation magnétique

4.3. Électrode à l'argent

4.4. Électrode de référence au calomel

4.5. pH/millivoltmètre convenant pour la titration potentiométrique

5. *Méthode opératoire*

5.1 Préparation de l'échantillon

- 5.1.1 Peser avec précision dans un becher de 250 ml approximativement 1,0 g (m gramme) d'un échantillon homogène du produit. Ajouter 80 ml d'eau et 20 ml de solution d'acide nitrique 5 % (v/v) (3.2).
- 5.1.2 Placer le becher sur la plaque chauffante à agitation magnétique (4.2). Commencer l'agitation et chauffer jusqu'à ébullition. Afin d'empêcher un dessèchement rapide, placer un verre de montre sur le becher. Laisser bouillir pendant 5 minutes, retirer le becher de la plaque et laisser refroidir jusqu'à température ambiante.
- 5.1.3 Ajouter 10 ml d'acétone (3.3), plonger les électrodes (4.3 et 4.4) dans la solution et commencer à agiter. Titrer par potentiométrie contre une solution de nitrate d'argent 0,1 M (3.4) et tracer une courbe différentielle afin de déterminer le point d'équivalence (V ml).

6. *Calcul*

Calculer le taux de chlore de l'échantillon, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule :

$$\% \text{ (m/m) de chlore} = \frac{0,3545 \times V}{m}$$

ou :

m = masse en grammes de l'échantillon utilisé pour l'analyse (5.1.1)

et

V = volume de nitrate d'argent 0,1 M, en millilitres, titré au point d'équivalence (5.1.3).

7. *Répétabilité (%)*

Pour un taux de chlore de 4 % (m/m), la différence entre deux déterminations menées en parallèle sur le même échantillon ne devrait pas excéder 0,10 % (m/m).

E. Calcul des rapports des atomes de zirconium avec les atomes d'aluminium, et des atomes de zirconium et d'aluminium avec les atomes de chlore

1. *Calcul du rapport entre atomes d'aluminium et atomes de zirconium*

Calculer le rapport Al · Zr à l'aide de la formule :

$$\text{rapport Al · Zr} = \frac{\text{Al \% (m/m)} \times 91,22}{\text{Zr \% (m/m)} \times 26,98}$$

2. *Calcul du rapport entre atomes d'aluminium et de zirconium et atomes de chlore*

Calculer le rapport (Al + Zr) · Cl à l'aide de la formule :

$$\text{rapport (Al + Zr) · Cl} = \frac{\frac{\text{Al \% (m/m)}}{26,98} + \frac{\text{Zr \% (m/m)}}{91,22}}{\frac{\text{Cl \% (m/m)}}{35,45}}$$

XXXIV. IDENTIFICATION ET DOSAGE DE L'HEXAMIDINE, DE LA DIBROMOHEXAMIDINE, DE LA DIBROMOPROPAMIDINE ET DE LA CHLORHEXIDINE

1. *Objet et champ d'application*

La méthode décrit l'identification et le dosage de :

- l'hexamidine et de ses sels, notamment l'iséthionate et le 4-hydroxybenzoate,
 - la dibromohexamidine et ses sels, notamment l'iséthionate,
 - la dibromopropamidine et ses sels, notamment l'iséthionate,
 - l'acétate, le gluconate et le chlorhydrate de chlorhexidine,
- dans les produits cosmétiques

2. *Définition*

Les concentrations d'hexamidine, de dibromohexamidine, de dibromopropamidine et de chlorhexidine déterminées selon la présente méthode sont exprimées en pourcentage en masse (% m/m).

3. *Principe*

L'identification et le dosage sont réalisés par chromatographie liquide (CLHP) d'appariement d'ions en phase inversée, suivi d'une détection par spectrophotométrie UV. L'hexamidine, la dibromohexamidine, la dibromopropamidine et la chlorhexidine sont identifiées par leur temps de rétention sur la colonne de chromatographie

4. Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et convenir pour la chromatographie liquide à haute performance.

4.1. Méthanol

4.2. Sel sodique monohydraté de l'acide 1-heptane sulfonique

4.3. Acide acétique concentré ($d_{20} = 1,05$ g/ml)

4.4. Chlorure de sodium

4.5. Phase mobile

4.5.1. Solvant I : solution méthanolique 0,005 M du sel sodique monohydraté de l'acide 1-heptane sulfonique (4.2) ajusté au pH apparent de 3,5 à l'aide d'acide acétique concentré (4.3).

4.5.2. Solvant II : solution aqueuse 0,005 M du sel sodique monohydraté de l'acide 1-heptane sulfonique (4.2) ajusté à pH 3,5 à l'aide d'acide acétique concentré (4.3).

Remarque : le cas échéant, pour améliorer la forme des pics, on peut modifier la phase mobile selon la méthode suivante :

— Solvant I : dissoudre 5,84 g de chlorure de sodium (4.4) et 1,1013 g de sel sodique monohydraté de l'acide 1-heptane sulfonique (4.2) dans 100 ml d'eau. Ajouter 900 ml de méthanol (4.1) et amener au pH apparent de 3,5 à l'aide d'acide acétique concentré (4.3).

— Solvant II : dissoudre 5,84 g de chlorure de sodium (4.4) et 1,1013 g de sel sodique monohydraté de l'acide 1-heptane sulfonique (4.2) dans 1 litre d'eau et amener au pH de 3,5 à l'aide d'acide acétique concentré (4.3).

4.6. Diiséthionate d'hexamidine [$C_{16}H_{26}N_6O_2 \cdot 2C_2H_4O_2S$]4.7. Diiséthionate de dibromohexamidine [$C_{16}H_{22}Br_2N_6O_2 \cdot 2C_2H_4O_2S$]4.8. Diiséthionate de dibromopropamide [$C_{17}H_{18}Br_2N_6O_2 \cdot 2C_2H_4O_2S$]4.9. Diacétate de chlorhexidine [$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$]

4.10. Solutions étalons : préparer une solution à 0,05 % (m/v) pour chacun des quatre conservateurs (4.6 à 4.9) dans du solvant I (4.5.1).

4.11. Trichloro,3,4,4'-carbanilide (trilocarban)

4.12. Dichloro,4,4'-(trifluorométhyl)-3 carbanilide (halocarban)

5. Appareillage

5.1. Matériel courant de laboratoire

5.2. Chromatographe en phase liquide à haute performance avec détecteur UV à longueur d'onde variable

5.3. Colonne en acier inoxydable : longueur 30 cm, diamètre interne 4 mm, remplie de μ -Bondapak C_{18} , 10 μ m, ou équivalent

5.4. Bain à ultrasons

6. Identification

6.1. Préparation de l'échantillon

Peser environ 0,5 g d'échantillon dans une fiole jaugée de 10 ml. Compléter au trait avec le solvant I (4.5.1). Placer la fiole jaugée pendant 10 minutes dans un bain à ultrasons (5.4). Filtrer ou centrifuger. Recueillir le filtrat ou le surnageant pour la chromatographie.

6.2. Chromatographie

6.2.1. Gradient de phase mobile

temps (min)	solvant I (% v/v) (4.5.1)	solvant II (% v/v) (4.5.2)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
45	50	50

- 6.2.2. Régler le débit de la phase mobile (6.2.1) à 1,5 ml/min et la température de la colonne à 35 °C.
- 6.2.3. Régler le détecteur sur 264 nm.
- 6.2.4. Injecter 10 µl de chacune des solutions étalons (4.10) et enregistrer leur chromatogramme.
- 6.2.5. Injecter 10 µl de solution échantillon (6.1) et enregistrer son chromatogramme.
- 6.3. Identifier la présence d'hexamidine, de dibromohexamidine, de dibromopropamidine ou de chlorhexidine en comparant les temps de rétention des pics enregistrés en 6.2.5 avec ceux obtenus pour les solutions étalons en 6.2.4.

7. Dosage

7.1. Préparation des solutions étalons

Utiliser un des conservateurs (4.6 à 4.9) absents de l'échantillon comme étalon interne. À défaut, utiliser le triclocarban (4.11) ou l'halocarban (4.12).

- 7.1.1. Solution mère du conservateur identifié en 6.3 à 0,05 % (m/v) dans le solvant I (4.5.1)
- 7.1.2. Solution mère du conservateur choisi comme étalon interne à 0,05 % (m/v) dans le solvant I (4.5.1)
- 7.1.3. Pour chaque conservateur identifié, préparer quatre solutions étalons en transvasant dans une série de fioles jaugées de 10 ml des quantités de solution mère du conservateur identifié (7.1.1) et des quantités appropriées de la solution mère de l'étalon interne (7.1.2) selon le tableau ci-dessous. Compléter chaque fiole au trait avec du solvant I (4.5.1) et mélanger.

Solution étalon	Solution mère d'étalon interne	Solution mère de conservateur identifié	
	ml (7.1.2) ajouté(s)	ml (7.1.1) ajouté(s)	µg/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

(*) Ces valeurs sont indicatives et correspondent aux concentrations du conservateur identifié dans des solutions étalons préparées avec une solution mère contenant exactement 0,05 % du conservateur.

7.2. Préparation de l'échantillon

- 7.2.1. Peser exactement environ 0,5 g d'échantillon (p gramme) dans une fiole jaugée de 10 ml, ajouter 1,0 ml de la solution étalon interne (7.1.2) et 6 ml de solvant I (4.5.1) et mélanger.
- 7.2.2. Placer la fiole jaugée dans un bain à ultrasons (5.4) pendant 10 minutes. Après refroidissement, compléter au trait avec le solvant I et mélanger. Filtrer sur filtre plissé ou centrifuger. Selon le cas, recueillir le surnageant ou le filtrat pour la chromatographie.

7.3. Chromatographie

- 7.3.1. Régler le gradient de phase mobile, son débit ainsi que la température de la colonne et la longueur d'onde du détecteur de l'appareillage pour CLHP (5.2) selon les conditions requises pour la phase d'identification (6.2.1 à 6.2.3).
- 7.3.2. Injecter 10 µl de solution échantillon (7.2.2) et mesurer la surface des pics. Répéter cette opération avec de nouvelles portions de 10 µl de la solution échantillon, jusqu'à obtention de résultats cohérents. Calculer le rapport entre la surface du pic du composé à déterminer et la surface du pic de l'étalon interne.

7.4. Étalonnage

- 7.4.1. Injecter 10 µl de chacune des solutions étalons (7.1.3) et mesurer la surface des pics.
- 7.4.2. Pour chaque solution étalon (7.1.3), calculer le rapport entre la surface du pic d'hexamidine, de dibromohexamidine, de dibromopropamidine ou de chlorhexidine et la surface du pic de l'étalon interne. Tracer une courbe d'étalonnage en plaçant ces rapports en ordonnée et en abscisse les concentrations correspondantes du conservateur identifié dans les solutions étalons, en microgrammes par millilitre.
- 7.4.3. Sur la courbe d'étalonnage obtenue au point 7.4.2, lire la concentration du conservateur identifié correspondant au rapport entre les surfaces des pics calculés au point 7.3.2.

8. *Calcul*

Calculer la teneur en hexamidine, dibromohexamidine, dibromopropamidine ou chlorhexidine de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule :

$$\% (m/m) = \frac{c}{1000 \times p} \times \frac{MW_1}{MW_2}$$

où :

p = masse en grammes de l'échantillon analysé (7.2.1),

c = concentration, en microgrammes par millilitre, du conservateur dans la solution échantillon, lue sur la courbe d'étalonnage,

MW₁ = poids moléculaire de la forme de base du conservateur présent,

MW₂ = poids moléculaire du sel correspondant (voir point 10).

9. *Répétabilité (*)*

Pour une teneur en hexamidine, dibromohexamidine, dibromopropamidine ou chlorhexidine de 0,1 % (m/m), la différence entre les résultats de deux dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,005 %.

10. *Table des poids formulaires*

Hexamidine	C ₂₀ H ₂₆ N ₄ O ₂	354,45
Diiséthionate d'hexamidine	C ₂₀ H ₂₆ N ₄ O ₂ · 2C ₂ H ₃ O ₂ S	606,72
Di-p-hydroxybenzoate d'hexamidine	C ₂₀ H ₂₆ N ₄ O ₂ · 2C ₇ H ₅ O ₂	630,71
Dibromohexamidine	C ₂₀ H ₂₂ Br ₂ N ₄ O ₂	512,24
Diiséthionate de dibromohexamidine	C ₂₀ H ₂₂ Br ₂ N ₄ O ₂ · 2C ₂ H ₃ O ₂ S	764,51
Dibromopropamidine	C ₁₇ H ₁₈ Br ₂ N ₄ O ₂	470,18
Diiséthionate de dibromopropamidine	C ₁₇ H ₁₈ Br ₂ N ₄ O ₂ · 2C ₂ H ₃ O ₂ S	722,43
Chlorhexidine	C ₂₂ H ₃₀ Cl ₂ N ₁₀	505,45
Acétate de chlorhexidine	C ₂₂ H ₃₀ Cl ₂ N ₁₀ · 2C ₂ H ₃ O ₂	625,56
Glucuronate de chlorhexidine	C ₂₂ H ₃₀ Cl ₂ N ₁₀ · 2C ₆ H ₇ O ₆	897,76
Chlorhydrate de chlorhexidine	C ₂₂ H ₃₀ Cl ₂ N ₁₀ · 2HCl	578,37

(*) ISO 5725.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 1^{er} avril 1996.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Santé publique et des Pensions,
M. COLLA