

Ces prescriptions seront en vigueur du 1er avril 1985 au 31 mars 1988.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 19 avril 1985.

BAUDOUIN

Par le Roi :

Le Ministre des Relations extérieures,
L. TINDEMANS

Le Ministre des Communications et des Postes,
Télégraphes et Téléphones,
H. DE CROO

MINISTÈRE DE LA SANTÉ PUBLIQUE ET DE LA FAMILLE

19 FEVRIER 1985. — Arrêté royal complétant l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux modalités de prélèvement des échantillons de produits cosmétiques conditionnés dans leur emballage d'origine et relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques

BAUDOUIN, Roi des Belges,
A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 24 janvier 1977 relative à la protection de la santé des consommateurs en ce qui concerne les denrées alimentaires et les autres produits, notamment l'article 12;

Considérant la deuxième directive de la Commission des Communautés européennes 82/434/C.E.E. du 14 mai 1982 concernant le rapprochement des législations des Etats-membres relatives aux méthodes d'analyse nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques;

Vu l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux modalités de prélèvement des échantillons de produits cosmétiques conditionnés dans leur emballage d'origine et relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1er, modifié par la loi du 9 août 1980;

Vu l'urgence;

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

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

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1er. Dans l'annexe de l'arrêté royal du 26 novembre 1981 relatif aux modalités de prélèvement des échantillons de produits cosmétiques conditionnés dans leur emballage d'origine et relatif aux méthodes d'analyse de référence nécessaires au contrôle de la composition des produits cosmétiques, la rubrique *B* est complétée par les dispositions de l'annexe du présent arrêté.

Art. 2. Notre Ministre des Affaires sociales et Notre secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement sont chargés de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 19 février 1985.

BAUDOUIN

Par le Roi :

Le Ministre des Affaires sociales,
J.L. DEHAENE

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique
et à l'Environnement,
F. AERTS

Deze voorschriften zullen van kracht zijn van 1 april 1985 tot 31 maart 1988.

Gezien om gevoegd te worden bij Ons besluit van 19 april 1985.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :

De Minister van Buitenlandse Betrekkingen,
L. TINDEMANS

De Minister van Verkeerswezen en Posterijen,
Telegrafie en Telefonie,
H. DE CROO

MINISTERIE VAN VOLKSGEZONDHEID EN VAN HET GEZIN

19 FEBRUARI 1985. — Koninklijk besluit tot aanvulling van het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende de modaliteiten van monsterneming van cosmetica in oorspronkelijke verpakking en betreffende referentieanalysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren

BOUDEWIJN, Koning der Belgen,
Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groot.

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, inzonderheid op artikel 12;

Gelet op de tweede richtlijn van de Commissie van de Europese Gemeenschappen 82/434/EEG van 14 mei 1982 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der lid-Staten inzake analysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmeticaproducten te controleren;

Gelet op het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende de modaliteiten van monsterneming van cosmetica in oorspronkelijke verpakking en betreffende referentieanalysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, gewijzigd bij de wet van 9 augustus 1980;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid;

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

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

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. In de bijlage van het koninklijk besluit van 26 november 1981 betreffende de modaliteiten van monsterneming van modaliteiten van monsterneming van cosmetica in oorspronkelijke verpakking en betreffende referentieanalysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetica te controleren, wordt de rubriek *B* aangevuld met de bepalingen van de bijlage gevoegd bij dit besluit.

Art. 2. Onze Minister van Sociale Zaken en Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu zijn belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 19 februari 1985.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :

De Minister van Sociale Zaken,
J.L. DEHAENE

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid
en Leefmilieu,
F. AERTS

Annexe

VII. Identification des agents d'oxydation et dosage du peroxyde d'hydrogène dans les produits capillaires

Objet et champ d'application

Le dosage iodométrique du peroxyde d'hydrogène dans les produits cosmétiques est possible en l'absence de tout autre agent d'oxydation réagissant avec les iodures pour former de l'iode. Avant d'entreprendre le dosage iodométrique du peroxyde d'hydrogène, il est donc indispensable de détecter et d'identifier les autres agents d'oxydation éventuellement présents. Cette identification s'effectue en deux opérations, la première concerne les persulfates, les bromates et le peroxyde d'hydrogène, la seconde le peroxyde de baryum.

A. Identification des persulfates, des bromates et du peroxyde d'hydrogène :

1. Principe :

Le persulfate de sodium, de potassium et d'ammonium, le bromate de potassium et de sodium et le peroxyde d'hydrogène, qu'il provienne ou non du peroxyde de baryum, sont identifiés par chromatographie descendante sur papier à l'aide de deux solvants de développement.

2. Réactifs :

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

2.1. Solutions aqueuses de références à 0,5 % (m/v) des composés suivants :

- 2.1.1. Persulfate de sodium.
- 2.1.2. Persulfate de potassium.
- 2.1.3. Persulfate d'ammonium.
- 2.1.4. Bromate de potassium.
- 2.1.5. Bromate de sodium.
- 2.1.6. Peroxyde d'hydrogène.
- 2.2. Solvant de développement A, éthanol à 80 % (v/v).
- 2.3. Solvant de développement B, benzène-méthanol-alcool-isoamylique-eau (34 + 38 + 18 + 10, v).
- 2.4. Réactif A, solution aqueuse d'iodure de potassium à 10 % (m/v).
- 2.5. Réactif B, solution aqueuse d'iodure de potassium à 10 % (m/v).
- 2.6. Réactif C, acide chlorhydrique à 10 % (m/m).
- 2.7. Acide chlorhydrique 4 N.

3. Appareillage :

- 3.1. Papier pour chromatographie (Whatman n° 3 et n° 4 ou équivalent).
- 3.2. Micropipette d'un µl.
- 3.3. Fioles jaugées de 100 ml.
- 3.4. Filtres plissés.
- 3.5. Matériel courant pour chromatographie descendante sur papier.

4. Préparation de l'échantillon :

- 4.1. Produits solubles dans l'eau : Préparer deux solutions d'échantillon en dissolvant respectivement 1 et 5 g du produit dans 100 ml d'eau. Pour réaliser la chromatographie sur papier décrite au point 5, utiliser 1 µl de chacune de ces deux solutions.
- 4.2. Produits partiellement solubles dans l'eau.
 - 4.2.1. Peser 1 et 5 g d'échantillon, les mettre en suspension dans 50 ml d'eau, compléter à 100 ml et mélanger. Filtrer les deux suspensions à l'aide d'un filtre plissé (point 3.4) et utiliser 1 µl de chacun des deux filtrats pour réaliser la chromatographie sur papier décrite au point 5.
 - 4.2.2. Préparer deux nouvelles suspensions de 1 et 5 g d'échantillon dans 50 ml d'eau, acidifier avec de l'acide chlorhydrique dilué (point 2.7) compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger. Filtrer les suspensions à l'aide d'un filtre plissé (point 3.4) et utiliser 1 µl de chacun des deux filtrats pour réaliser la chromatographie sur papier décrite au point 5.
- 4.3. Crèmes : Homogénéiser séparément 5 et 20 g du produit dans 100 ml d'eau et utiliser les dispersions pour réaliser la chromatographie sur papier décrite au point 5.

Bijlage

VII. De identificatie van enkele oxidatiemiddelen en de kwantitatieve bepaling van waterstofperoxide in produkten voor de haarverzorging

Doel en toepassingsgebied

De jodometrische bepaling van waterstofperoxide in cosmetica is mogelijk bij afwezigheid van andere oxidatiemiddelen die uit jodiden jodium vrijmaken. Voorafgaande aan de jodometrische bepaling van waterstofperoxide is het dan ook noodzakelijk eventueel aanwezige andere oxidatiemiddelen op te sporen en te identificeren. Deze identificatie valt uiteen in twee delen; het eerste deel omvat de persulfaten, de bromaten en waterstofperoxide en het tweede deel bariumperoxide.

A. De identificatie van persulfaten, bromaten alsmede waterstofperoxide :

1. Beginsel :

Natrium-, kalium en ammoniumpersulfaat, kalium- en natriumbromaat alsmede waterstofperoxide — al dan niet afkomstig van bariumperoxide — worden geïdentificeerd met behulp van dalende papierchromatografie waarbij gebruik gemaakt wordt van twee loopvloeistoffen.

2. Reagentia :

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

2.1. Referentieoplossingen 0,5 % (m/v) in water van de volgende verbindingen :

- 2.1.1. Natriumpersulfaat.
- 2.1.2. Kaliumpersulfaat.
- 2.1.3. Ammoniumpersulfaat.
- 2.1.4. Kaliumbromaat.
- 2.1.5. Natriumbromaat.
- 2.1.6. Waterstofperoxide.
- 2.2. Loopvloeistof A, ethanol 80 % (v/v)
- 2.3. Loopvloeistof B, benzene-methanol-isoamylalcohol-water (34 + 38 + 18 + 10, v).
- 2.4. Detectiemiddel A, kaliumjodideoplossing 10 % (m/v) in water.
- 2.5. Detectiemiddel B, zetmeeloplossing 1 % (m/v) in water.
- 2.6. Detectiemiddel C, zoutzuur 10 % (m/m)
- 2.7. Zoutzuur 4 N.

3. Apparatuur en hulpmiddelen :

- 3.1. Papier voor chromatografie (Whatman nr. 3 en nr. 4 of gelijkwaardig).
- 3.2. Micropipet van 1 µl.
- 3.3. Maatkolven van 100 ml.
- 3.4. Vouwfilters.
- 3.5. Gebruikelijke uitrusting voor het uitvoeren van dalende papierchromatografie.

4. Monstervoorbereiding :

- 4.1. In water oplosbare produkten : Maak van elk monster een tweetal oplossingen door respectievelijk 1 en 5 gram produkt op te lossen in 100 ml water. Gebruik van elk van deze oplossingen 1 µl voor het uitvoeren van de onder 5 beschreven papierchromatografie.
- 4.2. Gedeeltelijk in water oplosbare produkten.
 - 4.2.1. Weeg respectievelijk 1 en 5 gram monster af en suspendeer in 50 ml water, vul beide suspensies met water aan tot 100 ml en meng. Filtreer beide suspensies over een vouwfilter (3.4) en gebruik van elk van de filtraten 1 µl voor het uitvoeren van de onder 5 beschreven papierchromatografie.
 - 4.2.2. Bereid nogmaals van elk monster een tweetal suspensies door respectievelijk 1 en 5 gram aan te suspenderen in 50 ml water, zuur met verdund zoutzuur (2.7), vul met water aan tot 100 ml en meng. Filtreer de suspensies door een vouwfilter (3.4) en gebruik 1 µl van beide filtraten voor het uitvoeren van de onder 5 beschreven papierchromatografie.
- 4.3. Crèmes : Homogeniseer respectievelijk 5 en 20 gram van elk produkt in 100 ml water en gebruik de suspensies voor het uitvoeren van de onder 5 beschreven papierchromatografie.

5. Mode opératoire :

- 5.1. Dans deux cuves pour chromatographie descendante sur papier, mettre une certaine quantité des solvants de développement A (point 2.2) et B (point 2.3). Saturer les cuves par les vapeurs de solvants pendant 24 heures au moins.
- 5.2. Sur une bande de papier pour chromatographie (Whatman n° 3 ou équivalent) de 40 cm de long et 20 cm de large (point 3.1) ou d'un autre format approprié, déposer sur chaque point de départ 1 µl de l'une des solutions (ou suspensions filtrées) d'échantillon et de référence préparées aux points 4 et 2.1 et faire évaporer le solvant à l'air.
- 5.3. Mettre la bande (point 5.2) dans la cuve remplie du solvant A (point 5.1) et chromatographier jusqu'à ce que le front du solvant ait parcouru 35 cm (environ 15 heures).
- 5.4. Répéter les opérations décrites aux points 5.2 et 5.3 avec du papier pour chromatographie (Whatman n° 4 ou équivalent) (point 3.1) et le solvant B (point 2.3). Chromatographier jusqu'à ce que le solvant de développement ait parcouru 35 cm (environ 5 heures).
- 5.5. Après développement, sortir les bandes de papier des cuves et les sécher à l'air.
- 5.6. Révéler les taches en pulvérisant :
- 5.6.1. Le réactif A (point 2.4) et aussitôt après le réactif B (point 2.5). Les taches de persulfates apparaissent d'abord sur le chromatogramme, suivies de taches de peroxyde d'hydrogène. Marquer ces taches au moyen d'un crayon.
- 5.6.2. Le réactif C (point 2.6) sur les chromatogrammes obtenus au point 5.6.1. Des taches gris bleu indiquant la présence de bromates apparaissent.
- 5.7. Dans les conditions indiquées ci-avant pour les solvants A (point 2.2) et B (point 2.3) les valeurs Rf des solutions de référence (point 2.1) sont les suivantes :

	Solvant A (point 2.2)	Solvant B (point 2.3)
Persulfate de sodium	0,40	0,10
Persulfate de potassium	0,40	0,02 + 0,01
Persulfate d'ammonium	0,50	0,10 + 0,20
Bromate de sodium	0,40	0,20
Bromate de potassium	0,40	0,10 + 0,20
Peroxyde d'hydrogène	0,80	0,80

B. Identification du peroxyde de baryum :

1. Principe : La présence de peroxyde de baryum est mise en évidence : d'une part par formation du peroxyde d'hydrogène après l'acidification de l'échantillon (titre A, point 4.2), et d'autre part, par l'identification d'ions baryum.
- En l'absence de persulfates (titre A) : on ajoute de l'acide sulfurique dilué à une partie de la solution d'échantillon acide (titre B, 4.1), ce qui entraîne la formation d'un précipité blanc de sulfate de baryum. La présence d'ions baryum dans la solution d'échantillon (B, 4.1) est confirmée par chromatographie sur papier comme indiqué point 5 ci-après.
- En cas de présence simultanée de peroxyde de baryum et de persulfate (titre B, point 4.2) après fusion alcaline de l'insoluble et dissout dans l'acide chlorhydrique, on établit la présence d'ion baryum par chromatographie et/ou par précipitation à l'état de sulfate.
2. Réactifs :
- 2.1. Méthanol.
- 2.2. Acide chlorhydrique concentré à 36 % (m/m).
- 2.3. Acide chlorhydrique 6 N.
- 2.4. Acide sulfurique 4 N.
- 2.5. Rhodizonate disodique.
- 2.6. Chlorure de baryum (BaCl₂·2H₂O).
- 2.7. Carbonate de sodium anhydre.
- 2.8. Solution aqueuse de chlorure de baryum à 1 % (m/v).
- 2.9. Solvant de développement, méthanol-acide chlorhydrique concentré-eau (80 + 10 + 10, v).
- 2.10. Réactif, solution aqueuse de rhodizonate disodique à 0,1 % (m/v) dans l'eau; préparer la solution juste avant l'utilisation.

5. Werkwijze :

- 5.1. Breng in een tweetal chromatografiebakken voor het uitvoeren van dulende papierchromatografie een geschikte hoeveelheid van de loopvloeistoffen A (2.2) respectievelijk B (2.3). Verzadig de chromatografiebakken gedurende ten minste 24 uur met dampen van de loopvloeistoffen.
- 5.2. Breng op een strook papier voor chromatografie (Whatman nr. 3 of gelijkwaardig (3.1) van 40 cm lang en 20 cm breed of een ander geschikt formaat per startpunt 1 µl van één der onder 4 en 2.1 bereide monster-en referentieoplossingen en laat het oplosmiddel aan de lucht verdampen.
- 5.3. Plaats het papier (5.2) in de chromatografiebak gevuld met loopvloeistof A (5.1) en chromatografeer tot de loopafstand van het front 35 cm bedraagt (ongeveer 15 uren).
- 5.4. Herhaal de bewerkingen onder 5.2 en 5.3 met geschikt papier voor chromatografie (Whatman nr. 4 of gelijkwaardig (3.1) en loopvloeistof B (2.3). Chromatografeer tot de loopafstand van het front 35 cm bedraagt (ongeveer 5 uren).
- 5.5. Neem na het ontwikkelen de papierstroken uit de bakken en droog deze aan de lucht.
- 5.6. Maak de vlekken in het chromatogram zichtbaar door de papierstroken achtereenvolgens als volgt te bespuiten :
- 5.6.1. Met detectiemiddel A (2.4) kort daarna gevolgd door detectiemiddel B (2.5). Eerst verschijnen nu de vlekken van de persulfaten en vervolgens die van waterstofperoxide in het chromatogram. Markeer de vlekken met een potlood.
- 5.6.2. Met detectiemiddel C (2.6) de chromatogrammen verkregen onder 5.6.1. Aanwezige bromaten worden nu in het chromatogram als grijsblauwe vlekken zichtbaar.
- 5.7. De Rf-waarden van de referentiestoffen (2.1) bedragen onder de hiervoor beschreven omstandigheden van de loopvloeistoffen A (2.2) en B (2.3) :

	Loopvloeistof A (punt 2.2)	Loopvloeistof B (punt 2.3)
Natriumpersulfaat	0,40	0,10
Kaliumpersulfaat	0,40	0,02 + 0,01
Ammonium persulfaat	0,50	0,10 + 0,20
Natriumbromaat	0,40	0,20
Kaliumbromaat	0,40	0,10 + 0,20
Waterstofperoxide	0,80	0,80

B. Identificatie van bariumperoxide :

1. Beginsel : De aanwezigheid van bariumperoxide wordt enerzijds middels papierchromatografie aangetoond via het gevormde waterstofperoxide na aanzuren van het monster (methode A, 4.2) en anderzijds door een identificatiereactie op het bariumion.
- Indien persulfaten (A) afwezig zijn wordt aan een deel van de zure monsteroplossing (B, 4.1) verdund zwavelzuur toegevoegd waardoor een wit neerslag van bariumsulfaat ontstaat. De aanwezigheid van bariumionen in de monsteroplossing (B, 4.1) wordt middels papierchromatografie op de hierna beschreven wijze (B, 5) nogmaals bevestigd.
- Indien echter bariumperoxide en persulfaten gelijktijdig aanwezig zijn (B, 4.2) moet het residu van de oplossing alkalisch worden ontsloten en vervolgens in het residu van de smelt (B, 4.2.3), na oplossen in zoutzuur, de aanwezigheid van bariumionen zowel papierchromatografisch als via bariumsulfaat bevestigd worden.
2. Reagentia :
- 2.1. Méthanol.
- 2.2. Zoutzuur geconcentreerd 36 % (m/m).
- 2.3. Zoutzuur 6 N.
- 2.4. Zwavelzuur 4 N.
- 2.5. Dinatriumrhodizonaat.
- 2.6. Bariumchloride (BaCl₂·2H₂O).
- 2.7. Natriumcarbonaat, watervrij.
- 2.8. Bariumchloride oplossing 1 % (m/v) in water.
- 2.9. Loopvloeistof methanol-zoutzuur geconcentreerd (36 %-ig)-water (80 + 10 + 10, v).
- 2.10. Detectiemiddel, dinatriumrhodizonaatoplossing 0,1 % (m/v) in water; bereid de oplossing vlak voor het gebruik.

3. Appareillage :

- 3.1. Micropipette de 5 µl.
- 3.2. Creusets en platine.
- 3.3. Fioles jaugées de 100 ml.
- 3.4. Papier pour chromatographie (Schleicher et Schüll 2043 b ou équivalent). Placer pendant une nuit dans la cuve pour chromatographie (titre A, point 3.5) contenant le solvant (titre B, point 2.9) et sécher.
- 3.5. Filtres plissés.
- 3.6. Matériel courant pour la chromatographie ascendante sur papier.

4. Préparation de l'échantillon :

4.1. Produits ne contenant pas de persulfates :

- 4.1.1. Homogénéiser ou dissoudre 2 g du produit dans 50 ml d'eau et, au moyen d'acide chlorhydrique (titre B, point 2.3) porter le pH de la solution à environ 1.
- 4.1.2. Transvaser la solution (suspension) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait avec de l'eau et mélanger. Utiliser cette solution pour réaliser la chromatographie sur papier décrite au point 5 et pour identifier le baryum par précipitation du sulfate.

4.2. Produits contenant des persulfates :

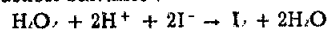
- 4.2.1. Homogénéiser ou dissoudre 2 g du produit dans 100 ml d'eau et filtrer.
- 4.2.2. Ajouter au résidu séché 7 à 10 fois son poids de carbonate de sodium (titre B, point 2.7), mélanger et fondre le mélange dans un creuset de platine (titre B, point 3.2) pendant une demi-heure.
- 4.2.3. Refroidir à la température ambiante, mettre en suspension le produit de la fusion dans 50 ml d'eau et filtrer (titre B, point 3.5).
- 4.2.4. Dissoudre dans l'acide chlorhydrique 6 N (titre B, point 2.3) et porter à 100 ml avec de l'eau. Utiliser cette solution pour réaliser la chromatographie sur papier décrite au point 5 et pour identifier le baryum par précipitation du sulfate.

5. Mode opératoire :

- 5.1. Dans une cuve pour chromatographie ascendante sur papier, mettre une certaine quantité de solvant (titre B, point 2.9) et saturer la cuve pendant 15 heures au moins.
- 5.2. Sur une feuille de papier pour chromatographie, préalablement traité comme indiqué (titre B, point 3.4) déposer respectivement sur trois points de départ, 5 µl de chacune des solutions préparées (titre B, point 4.1.2) et (titre B, point 4.2.4) et de la solution de référence (titre B, point 2.8).
- 5.3. Faire évaporer le solvant à l'air et chromatographier verticalement jusqu'à ce que le solvant de développement ait parcouru 30 cm.
- 5.4. Sortir le chromatogramme de la cuve et le sécher à l'air.
- 5.5. Faire apparaître les taches sur le chromatogramme en pulvérisant celui-ci avec le réactif (titre B, point 2.10). En présence de baryum, des taches rouges de Rf 0,10 environ apparaissent.

C. Dosage du peroxyde d'hydrogène :

1. Principe : Le dosage iodométrique du peroxyde d'hydrogène repose sur la réaction suivante :



Il s'agit d'une réaction lente, mais il est possible de l'accélérer en ajoutant du molybdate d'ammonium. L'iode formé, dosé par des procédés titrimétriques à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium, permet de calculer la teneur en peroxyde d'hydrogène.

2. Définition : La teneur de l'échantillon en peroxyde d'hydrogène déterminée selon cette méthode est exprimée en pourcentage de masse du produit.
3. Réactifs : Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.
 - 3.1. Acide sulfurique 2 N.
 - 3.2. Iodure de potassium.
 - 3.3. Molybdate d'ammonium.
 - 3.4. Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N.
 - 3.5. Solution d'iodure de potassium à 10 % (m/v). Préparer la solution extemporanément.
 - 3.6. Solution de molybdate d'ammonium à 20 % (m/v).
 - 3.7. Solution d'amidon à 1 % (m/v).

3. Appareils et matériels :

- 3.1. Micropipet 5 µl.
- 3.2. Platina kroezen.
- 3.3. Maatkolven van 100 ml.
- 3.4. Chromatografiepapier (Schleicher en Schüll 2043 b of gelijkwaardig). Reinig het papier door dit gedurende één nacht in de chromatografiebak voor dalende chromatografie (A, 3.5) te ontwikkelen in de loopvloeistof (B, 2.9) en vervolgens te drogen.
- 3.5. Vouwfilters.
- 3.6. Gebruikelijke uitrusting voor het uitvoeren van stijgende papierchromatografie.

4. Monstervoorbereiding :

4.1. Produkten zonder persulfaten :

- 4.1.1. Homogeniseer 2 gram produkt in 50 ml water en breng de pH van de oplossing door middel van zoutzuur (B, 2.3) ongeveer op 1.
- 4.1.2. Breng de oplossing of suspensie met water over in een maatkolf van 100 ml, vul met water tot de maatstreep aan en meng. Gebruik deze oplossing voor het onder B, 5 beschreven papierchromatografisch onderzoek en voor de identificatie van het bariumion door het als bariumsulfaat neer te slaan.

4.2. Produkten met persulfaten :

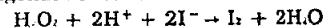
- 4.2.1. Homogeniseer 2 gram produkt in 100 ml water en filtreer.
- 4.2.2. Voeg aan het gedroogde residu 7 tot 10 maal de massa aan natriumcarbonaat toe (B, 2.7). Meng en verhit het mengsel in een platinakroes (B, 3.2) gedurende een half uur.
- 4.2.3. Koel af tot kamertemperatuur, suspendeer de smelt in 50 ml water en filtreer (B, 3.5).
- 4.2.4. Los het residu van de smelt op in zoutzuur 6 N (B, 2.3) en vul met water aan tot 100 ml. Gebruik deze oplossing voor het onder B, 5 beschreven papierchromatografisch onderzoek.

5. Werkwijze :

- 5.1. Breng in een chromatografiebak voor stijgende papierchromatografie (B, 3.6) een geschikte hoeveelheid loopvloeistof (B, 2.9) en verzadig de bak gedurende ten minste 15 uren.
- 5.2. Breng op een stuk chromatografiepapier — voorbehandeld als aangegeven onder B, 3.4 — verdeeld over een drietal startpunten respectievelijk 5 µl van elk der onder B, 4.1.2 en B, 4.2.4 bereide oplossingen en de referentieoplossing (B, 2.8).
- 5.3. Laat het oplosmiddel aan de lucht verdampen en chromatografeer verticaal over een loopafstand van 30 cm.
- 5.4. Neem het chromatografiepapier uit de chromatografiebak en droog het aan de lucht.
- 5.5. Maak de vlekken in het chromatogram zichtbaar door het chromatografiepapier te bespuiten met het detectiemiddel (B, 2.10). Bij aanwezigheid van barium ontstaan rode vlekken met een Rf-waarde van ongeveer 0,10.

C. De bepaling van waterstofperoxide :

1. Beginsel : De jodometrische bepaling van waterstofperoxide berust op de volgende reactie :



Deze omzetting verloopt traag maar kan door toevoeging van ammoniummolybdaat worden versneld. Het gevormde jodium wordt met natriumthiosulfaatoplossing titrimetrisch bepaald en is een maat voor het gehalte aan waterstofperoxide.

2. Definitie : Het gehalte aan waterstofperoxide bepaald volgens deze methode wordt uitgedrukt in massaprocenten (m/m) van de waar.
3. Reagentia : Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.
 - 3.1. Zwavelzuur 2 N.
 - 3.2. Kaliumjodide.
 - 3.3. Ammoniummolybdaat.
 - 3.4. Natriumthiosulfaatoplossing 0,1 N.
 - 3.5. Kaliumjodideoplossing 10 % (m/v). Bereid deze oplossing vlak voor het gebruik.
 - 3.6. Ammoniummolybdaatoplossing 20 % (m/v).
 - 3.7. Zetmeeloplossing 1 % (m/v).

4. Appareillage :

- 4.1. Béchers en verre de 100 ml.
- 4.2. Burette de 50 ml.
- 4.3. Fioles jaugées de 250 ml.
- 4.4. Eprouvettes graduées de 25 et 100 ml.
- 4.5. Pipettes jaugées de 10 ml.
- 4.6. Fioles coniques de 250 ml.

5. Mode opératoire :

- 5.1. Dans un bécher de 100 ml, peser une quantité (m grammes) du produit équivalent à 0,6 g environ de peroxyde d'hydrogène; les transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml à l'aide d'une petite quantité d'eau, compléter au trait avec de l'eau et mélanger.
- 5.2. Pipeter 10 ml de la solution d'échantillon (point 5.1) dans une fiole conique de 250 ml (point 4.6) et ajouter successivement 100 ml d'acide sulfurique 2 N (point 3.1), 20 ml de solution d'iode de potassium (point 3.5) et trois gouttes de solution de molybdate d'ammonium (point 3.6).
- 5.3. Titrer immédiatement l'iode formé à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (point 3.4) et, juste avant d'atteindre le point d'équivalence, ajouter quelques ml de solution d'amidon comme indicateur. Noter la quantité en ml de thiosulfate de sodium 0,1 N utilisée (V).
- 5.4. Selon le processus indiqué aux points 5.2 et 5.3, effectuer un dosage à blanc, les 10 ml de solution d'échantillon étant remplacés par 10 ml d'eau. Noter la quantité en ml de thiosulfate de sodium 0,1 N utilisée (Vo).

6. Calcul : Calculer la teneur du produit en peroxyde d'hydrogène, en pourcentage de masse (% m/m) à l'aide de la formule :

$$\% \text{ de peroxyde d'hydrogène} = \frac{(V - V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1000} \text{ ou}$$

$$\% \text{ de peroxyde d'hydrogène} = \frac{(V - V_0) \times 4,252}{m}$$

ou :

m = la quantité en g de produits examinés (point 5.1).

Vo = la quantité en ml de solution de thiosulfate 0,1 N utilisée lors du dosage à blanc (point 5.4).

V = la quantité en ml de solution de thiosulfate 0,1 N utilisée lors du titrage de la solution d'échantillon (point 5.3).

7. Répétabilité (selon la norme ISO 5725) :

Pour une teneur en peroxyde d'hydrogène de l'ordre de 6 % (m/m) la différence entre les résultats de 2 dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,2 %.

VIII. Identification et dosage semi-quantitatif de certains colorants d'oxydation dans les teintures pour cheveux

1. Objet et champ d'application : Cette méthode permet l'identification et le dosage semi-quantitatif des substances suivantes dans les teintures pour cheveux sous forme de crème et de liquide :

Dénomination des substances	Symbole
diaminobenzènes :	
1-2 diaminobenzène (o. phénylènediamine)	(OPD)
1-3 diaminobenzène (m. phénylènediamine)	(MPD)
1-4 diaminobenzène (p. phénylènediamine)	(PPD)
diaminotoluènes :	
3-4 diaminotoluène (o. toluylenediamine)	(OTD)
2-4 diaminotoluène (m. toluylenediamine)	(MTD)
2-5 diaminotoluène (p. toluylenediamine)	(PTD)
diaminophénols :	
2-4 diaminophénol	(DAP)
hydroquinone :	
1-4 dihydroxybenzène	(H)
α -naphтол	(α -N)

4. Apparatuur en hulpmiddelen :

- 4.1. Bekerglazen van 100 ml.
- 4.2. Buret van 50 ml.
- 4.3. Maatkolven van 250 ml.
- 4.4. Maatcilinders van 25 en 100 ml.
- 4.5. Volpipetten van 10 ml.
- 4.6. Konische kolven van 250 ml.

5. Werkwijze :

- 5.1. Weeg nauwkeurig in een bekeerglas van 100 ml een hoeveelheid van het produkt af (in gram), die overeenkomt met 0,6 gram waterstofperoxide. Breng dit kwantitatief met water over in een maatkolf van 250 ml. Vul met water tot de maatstreep aan en meng.
- 5.2. Pipeteer 10 ml van deze oplossing (C, 5.1) in een 250 ml konische kolf (C, 4.6) en voeg achtereenvolgens toe 100 ml zwavelzuur 2 N (C, 3.1), 20 ml kaliumjodideoplossing (C, 3.5) evenals drie druppels ammoniummolybdaatoplossing (C, 3.6).
- 5.3. Titreer onmiddellijk het gevormde jodium met 0,1 N natriumthiosulfaatoplossing (C, 3.4). Voeg vlak voor het bereiken van het equivalentiepunt enkele milliliters zetmeeloplossing (C, 3.7) toe als indicator. Noteer het verbruik van natriumthiosulfaat 0,1 N in ml (V).
- 5.4. Voer op de wijze als onder C, 5.2 en C, 5.3 beschreven een blankobepaling uit waarbij de 10 ml monsteroplossing zijn vervangen door 10 ml water. Noteer het verbruik in ml van natriumthiosulfaat 0,1 N van de blankobepaling (Vo).

6. Berekening : Bereken het gehalte aan waterstofperoxide van de waar in massaprocenten (m/m) met behulp van de formule :

$$\% \text{ waterstofperoxide} = \frac{(V - V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1000} \text{ of}$$

$$\% \text{ waterstofperoxide} = \frac{(V - V_0) \times 4,252}{m}$$

waarin :

m = de hoeveelheid in onderzoek genomen monster in grammen (C, 5.1).

Vo = het verbruik in ml 0,1 N thiosulfaatoplossing van de blankobepaling (C, 5.4).

V = het verbruik in ml 0,1 N thiosulfaatoplossing van de titratie van de monsteroplossing (C, 5.3).

7. Herhaalbaarheid (volgens de norm ISO 5725) :

Voor monsters met een waterstofperoxidegehalte van 6 % (m/m) mag het verschil tussen de meetuitkomsten van twee bepalingen gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden en voor hetzelfde monster niet meer bedragen dan 0,2 %.

VIII. De identificatie en semi-kwantitatieve bepaling van enkele oxidatiekleurstoffen in haarkleurmiddelen

1. Doel en toepassingsgebied : Deze methode beschrijft de identificatie en semi-kwantitatieve bepaling van de navolgende verbindingen aanwezig, in cremevormige of vloeibare haarkleurmiddelen :

Verbinding	Symbool
diaminobenzenen :	
1-2 diaminobenzeen (o. fenyleendiamine)	(OFD)
1-3 diaminobenzeen (m. fenyleendiamine)	(MFD)
1-4 diaminobenzeen (p. fenyleendiamine)	(PFD)
diaminotoluenen :	
3-4 diaminotoluëen (o. toluylenediamine)	(OTD)
2-4 diaminotoluëen (m. toluylenediamine)	(MTD)
2-5 diaminotoluëen (p. toluylenediamine)	(PTD)
diaminofenolen :	
2-4 diaminofenol	(DAF)
hydrochinon :	
1-4 dihydroxybenzeen	(H)
α -naftol	(α -N)

Dénomination des substances	Symbole	Verbinding	Symbool
pyrogallol :		pyrogallol :	
1-2-3 trihydroxybenzène	(P)	1-2-3 trihydroxybenzeen	(P)
résorcine :		resorcinol :	
1-3 dihydroxybenzène	(R)	1-3 dihydroxybenzeen	(R)
2. Principe :		2. Beginsel :	
Les colorants d'oxydation sont extraits, à pH 10, des teintures en forme de crème ou de liquide à l'aide de l'éthanol à 96° et identifiés par chromatographie sur couche mince monodimensionnelle (point 5) et/ou bidimensionnelle (point 6).		De oxidatiekleurstoffen worden bij pH 10 met behulp van ethanol 96 %-ig uit de cremevormige of vloeibare haarkleurmiddelen geëxtraheerd en door middel van een- (5) en/of tweedimensionale (6) dunnelaagchromatografie geïdentificeerd.	
Afin d'effectuer le dosage semi-quantitatif des substances on compare l'image chromatographique des échantillons obtenue à l'aide de quatre systèmes de développement avec celle des solutions des produits de référence chromatographiées.		Om de semi-kwantitatieve bepaling van de stoffen uit te voeren vergelijkt men het chromatogram van de monsters verkregen met behulp van vier loopvloeistoffen met dat van de oplossingen van de gelijktijdig en onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden gechromatografeerde referentiestoffen.	
3. Réactifs : Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.		3. Reagentia : Indien niet uitdrukkelijk anders vermeld dienen alle reagentia van analytische kwaliteit te zijn.	
3.1. Ethanol absolu.		3.1. Ethanol, absoluut.	
3.2. Acétone.		3.2. Aceton.	
3.3. Ethanol 96° (v/v).		3.3. Ethanol 96 % (v/v).	
3.4. Ammoniaque à 25 % ($d_4^{20} = 0,91$).		3.4. Ammoniak 25 % ($d_4^{20} = 0,91$).	
3.5. L (+) acide ascorbique.		3.5. L (+)-ascorbinezuur.	
3.6. Chloroforme.		3.6. Chloroform.	
3.7. Cyclohexane.		3.7. Cyclohexaan.	
3.8. Azote technique.		3.8. Stikstof, kwaliteit technisch.	
3.9. Toluène.		3.9. Toluëen.	
3.10. Benzène.		3.10. Benzeen.	
3.11. Butanol 1.		3.11. Butanol-1.	
3.12. Butanol 2.		3.12. Butanol-2.	
3.13. Acide hypophosphoreux à 50 %.		3.13. Onderfosforig zuur, (H₃PO₃) 50 % in water.	
3.14. Réactif diazoïque : on pourra utiliser soit :		3.14. Diazoereagens : hiervoor kunnen de volgende produkten worden gebruikt :	
— Le 4 nitro-1-benzènediazonium salifié et stabilisé par l'ion chlorobenzène sulfonate par exemple (rouge 2 JN de Francolor ou équivalent).		— 4-nitro-1-benzeendiazoniumzout gestabiliseerd bij voorbeeld met chloorbenzeensulfonaat (Rood 2 JN van Francolor of equivalent).	
— Le 2-chloro-4-nitro-1-benzènediazonium salifié et stabilisé par l'ion naphthalenbenzoate par exemple (NNCD Reagent — réf. n° 74150 de FLUKA ou équivalent).		— 2-chloor-4-nitro-1-benzeendiazoniumzout gestabiliseerd bij voorbeeld met naftaleensulfonaat (NNCD Reagent — artikel nr. 74150 van FLUKA of equivalent).	
3.15. Nitrate d'argent.		3.15. Zilvernitraat.	
3.16. p-diméthylaminobenzaldéhyde.		3.16. p-dimethylaminobenzaldehyde.	
3.17. 2-5 diméthylphénol.		3.17. 2,5-dimethylfenol.	
3.18. Chlorure ferrique, FeCl₃.6H₂O.		3.18. IJzer(III)chloride, FeCl₃.6H₂O.	
3.19. Acide chlorhydrique à 10 % (m/v).		3.19. Zoutzuur 10 % (m/v).	
3.20. Substances de référence :		3.20. Referentiestoffen :	
Les substances de référence sont celles indiquées au titre I° « Objet et champ d'application ».		De referentiestoffen zijn in paragraaf 1 - doel en toepassingsgebied - vermeld.	
Dans le cas de composés aminés, la substance de référence doit être constituée exclusivement par la forme chlorhydrate (mono ou di) ou par la forme de base.		Aminoverbindingen kunnen als (mono- of di)chloride of als vrije base worden gebruikt. Gebruik geen sulfaten als referentiestof.	
3.21. Solutions de référence à 0,5 % (m/v) :		3.21. Referentieoplossingen, 0,5 % (m/v) :	
Préparer une solution à 0,5 % (m/v) de chacune des substances de référence (point 3.20).		Bereid een 0,5 %-oplossing (m/v) van elk van de referentiestoffen genoemd in 3.20.	
Peser 50 mg ± 1 mg de substance de référence dans une fiole jaugée de 10 ml. Ajouter 5 ml d'éthanol à 96° (point 3.3). Ajouter 250 mg d'acide ascorbique (point 3.5). Alcaliniser à l'aide de la solution ammoniacale (point 3.4) jusqu'à un pH apparent de 10. Compléter à 10 ml avec de l'éthanol à 96° (point 3.3) et mélanger.		Weeg hiertoe 50 ± 1 mg referentiestof af, breng deze over in een maatkolf van 10 ml. Voeg 5 ml ethanol 96 % (3.3) en 250 mg ascorbinezuur (3.5) toe. Breng de pH met ammoniakoplossing (3.4) op pH = 10, vul aan tot 10 ml met ethanol 96 % (3.3) en meng.	
Remarques :		Opmerkingen :	
Les solutions peuvent être conservées pendant une semaine dans un endroit frais à l'abri de la lumière.		De oplossingen zijn, op een koele en donkere plaats bewaard, gedurende een week stabiel.	
Dans certains cas, lors de l'addition de l'acide ascorbique et de l'ammoniaque, il peut se produire un précipité. Il convient alors de laisser decanter avant de procéder au prélèvement.		In bepaalde gevallen ontstaat bij toevoeging van ascorbinezuur en ammoniak een neerslag. Na het bezinken wordt de bovenstaande vloeistof gebruikt voor het verder onderzoek.	

3.22. Solvant de développement.

- 3.22.1. Acétone-chloroforme-toluène (35-25-40, v).
 3.22.2. Chloroforme-cyclohexane-éthanol absolu-ammoniaque 25 % (80-10-10-1, v).
 3.22.3. Benzène-butanol secondaire-eau (50-25-25, v). Bien agiter le mélange et prendre la phase supérieure après décantation à la température du laboratoire (entre 20 et 25 °C).
 3.22.4. Butanol 1-chloroforme et réactif M (7-70-23, v). Laisser décanter soigneusement à 20-25 °C et prendre la phase inférieure.

Préparation du réactif M :

NH ₄ OH à 25 % (v/v) (point 3.4)	24 volumes.
Acide hypophosphoreux à 50 % (point 3.13)	1 volume.
H ₂ O	75 volumes.

Remarque :

Les solvants de développement contenant de l'ammoniaque doivent être bien agités, juste avant l'emploi.

3.23. Révélateurs.

- 3.23.1. Réactif diazoïque :
 Faire une solution aqueuse à 5 % (m/v) du réactif (point 3.14) choisi. Cette solution doit être préparée au moment de l'emploi.
- 3.23.2. Réactif d'Ehrlich :
 Dissoudre 2 g de p-diméthylaminobenzaldéhyde (point 3.16) dans 100 ml d'acide chlorhydrique à 10 % (m/v) aqueux (point 3.19).
- 3.23.3. 2,5-diméthylphénol-chlorure ferrique 6H₂O :
 Solution 1 : Dissoudre 1 g de diméthylphénol (point 3.17) dans 100 ml d'éthanol à 96 ° (point 3.3).
 Solution 2 : Dissoudre 4 g de chlorure ferrique 6H₂O (point 3.18) dans 100 ml d'éthanol à 96 ° (point 3.3).
 Lors de la révélation on pulvérise séparément d'abord la solution 1, puis la solution 2.
- 3.23.4. Nitrate d'argent ammoniacal :
 A une solution aqueuse à 5 % (m/v) de nitrate d'argent (point 3.15) ajouter de l'ammoniaque à 25 % (point 3.4) jusqu'à dissolution du précipité.
 Ce réactif sera préparé au moment de son utilisation. Ne pas conserver.

4. Appareillage :

- 4.1. Equipement de laboratoire pour chromatographie sur couche mince :
- 4.1.1. Enceinte en plastique ou en verre permettant de maintenir la chromatoplaque sous azote pendant le dépôt et jusqu'au développement. Cette précaution est nécessaire eu égard à la grande oxydabilité de certains colorants.
- 4.1.2. Seringue de 10 µl, graduée de 0,2 en 0,2 µl avec une aiguille à section droite ou mieux repeating dispenser, 50 µl, monté sur statif de manière à pouvoir mettre la plaque sous azote.
- 4.1.3. Couches minces de silice prêtes à l'emploi, épaisseur 0,25 mm, format 20 × 20 cm (Macherey et Nagel Silice G-HR ou équivalent).
- 4.2. Centrifugeuse 4 000 tours par minute.
- 4.3. Tubes de centrifugeuse de 10 ml fermés par un bouchon à vis.

5. Mode opératoire :

5.1. Traitement des échantillons :

A l'ouverture du tube, éliminer les 2 ou 3 premiers cm de crème. Dans un tube à centrifuger (point 4.3) préalablement purgé à l'azote, introduire 300 mg d'acide ascorbique, 3 g de crème ou 3 g de liquide homogénéisé.

Ajouter quelques gouttes d'ammoniaque (point 3.4) si le pH est inférieur à 10 et compléter à 10 ml avec l'éthanol 96 ° (point 3.3). Homogénéiser sous azote, boucher, puis centrifuger à 4 000 tours par minute pendant 10 minutes. Utiliser la solution surnageante.

3.22. Loopvloeistoffen.

- 3.22.1. Aceton-chloroform-toluène (35-25-40, v).
 3.22.2. Chloroform-cyclohexaan-ethanol (absoluut)-ammoniak 25 %-ig (80-10-10-1, v).
 3.22.3. Benzene-butanol-2-water (50-25-25, v). Schud het mengsel krachtig, laat de fasen scheiden bij kamertemperatuur (20 tot 25 °C) en gebruik de bovenste fase.
 3.22.4. Butanol-1-chloroform-reagens M (7-70-23, v). Schud het mengsel krachtig. Laat de fasen scheiden bij 25 °C en neem de onderste fase.

Bereid reagens M door menging van :

Ammoniak 25 % (3.4)	24 volumedelen.
Onderfosforig zuur 50 % (3.13)	1 volumedeel.
H ₂ O	75 volumedelen.

Opmerking :

De ontwikkelingssolventen die ammoniaak bevatten hoeven vóór hun gebruik goed gemengd te worden.

3.23. Detectiemiddelen.

- 3.23.1. Diazo-reagens :
 Maak een 5 %-oplossing (m/v) van het reagens 3.14 in water. Deze oplossing moet worden bereid op het ogenblik van het gebruik.
- 3.23.2. Reagens van Ehrlich :
 Los 2 g p-dimethylaminobenzaldehyde (3.16) op in 100 ml zoutzuur 10 %-oplossing (m/v) in water (3.19).
- 3.23.3. 2,5-dimethylfenol/ferrichloridereagens :
 Oplossing 1 : Los 1 g 2,5-dimethylfenol (3.17) op in 100 ml ethanol 96 % (3.3).
 Oplossing 2 : Los 4 g ferrichloride 6H₂O (3.18) op in 100 ml ethanol 96 % (3.3).
 Deze oplossingen moeten zonder te worden gemengd in de aangegeven volgorde worden gebruikt. Bij het zichtbaar maken van de vlekken wordt het chromatogram eerst met oplossing 1 en vervolgens met oplossing 2 bespoten.
- 3.23.4. Ammoniakale zilvernitraatoplossing :
 Voeg aan een 5 %-oplossing (m/v) van zilvernitraat (3.15) in water zoveel ammoniaak 25 % (3.4) toe tot het neerslag van AgOH is opgelost.
 Dit reagens moet worden bereid op het ogenblik van het gebruik. De oplossing kan niet worden bewaard.

4. Apparatuur en hulpmiddelen :

- 4.1. Gebruikelijke laboratoriumuitrusting voor dunnelaagchromatografie evenals :
- 4.1.1. Plastiek of glazen bak waarin de dunnelaagplaat onder stikstof kan worden bewaard. Deze voorzorgsmaatregel is noodzakelijk gezien de grote oxidatiegevoeligheid van sommige kleurstoffen.
- 4.1.2. Injectiespuit van 10 µl, met een schaalverdeling van 0,2 µg voorzien van een naald met een recht afgesneden punt of « repeating dispenser » van 50 µg eveneens voorzien van een recht afgesneden punt en zodanig op een statief gemonteerd, dat op de dunnelaagplaat onder stikstof kan worden aangebracht.
- 4.1.3. Kant en klaar dunnelaagplaten Macherey en Nagel silicagel G-HR of gelijkwaardig. Formaat 20 × 20 cm, dikte van de absorberslaag 0,25 mm.
- 4.2. Centrifuge, instelbaar op 4 000 toeren per minuut.
- 4.3. Centrifugebuizen van 10 ml voorzien van schroefdop met septum.

5. Werkwijze :

5.1. Voorbereiding van de monsters :

Verwijder bij monsters verpakt in tubes de eerste 2 of 3 cm van de crème. Breng in een vooraf met stikstof gespoelde centrifugebuis (4.3) 300 mg ascorbinezuur (3.5) evenals 3,0 g crème of 3,0 g gehomogeniseerde vloeistof.

Voeg enkele druppels ammoniaak 25 % (3.4) toe indien de pH lager is dan 10 en vul aan tot 10 ml met ethanol 96 % (3.3). Sluit de centrifugebuis af met de bijbehorende schroefdop met septum, homogeniseer en centrifugeer gedurende 10 minuten bij 4 000 toeren per minuut. Gebruik de vloeistoffase voor het navolgend beschreven dunnelaagchromatografisch onderzoek.

5.2. Chromatographie :

5.2.1. dépôt :

Déposer sous azote, sur une plaque de silice (point 4.1.3) et sur 9 points de départ, 1 µl de chacune des 11 solutions de référence. Ces solutions de références sont partagées ainsi :

1	2	3	4	5	6	7	8	9
R	P	H	PPD	PAF	PTD	OPD	OTD	MPD

MTD α-N

D'autre part, déposer sur chacun des dixième et onzième points 2 µl des solutions échantillons obtenues au point 5.1. Conserver la plaque sous azote jusqu'au moment où elle est chromatographiée.

5.2.2. Développement :

Introduire la plaque dans une cuve préalablement purgée à l'azote, saturée avec l'un des 4 solvants appropriés (point 3.2.2) et laisser développer à température ambiante 20 à 25 ° et à l'obscurité jusqu'à ce que le front du solvant ait parcouru environ 15 cm depuis la ligne de départ.

Sortir la plaque et la sécher sous azote à température ambiante.

5.2.3. Révélation : Pulvériser aussitôt la plaque avec l'un des quatre révélateurs cités au point 3.2.3.

5.2.4. Identification : On compare les Rf et les colorations obtenues pour l'échantillon avec celles des substances de référence déposées. Le tableau I donne à titre indicatif les Rf et colorations obtenues pour chaque substance de référence en fonction du solvant de développement et des révélateurs. En cas d'identification douteuse on peut parfois obtenir une confirmation en ajoutant à l'échantillon la substance de référence correspondante.

5.2.5. Dosage semi-quantitatif : Comparer visuellement l'intensité des taches correspondante à chaque substance identifiée au point 5.2.4 à une gamme étalon de concentration connue et appropriée obtenue à partir de la substance de référence correspondante. Lorsque la concentration du composant de l'échantillon est trop élevée, diluer la solution à déposer et procéder à un nouveau dosage.

5.2. Chromatografie :

5.2.1. Het opbrengen :

Breng op een plaat voor dunnelaagchromatografie (4.1.3) op een negental startpunten op ongeveer 1,5 cm van de onder-rand van de dunnelaagplaat en met een onderlinge afstand van circa 1,5 cm onder stikstof op 1 µl van elk van de referentieoplossingen (3.21). Verdeel de referentieoplossingen als volgt over de startpunten :

1	2	3	4	5	6	7	8	9
R	P	H	PFD	DAF	PTD	OFD	OTD	MFD

MTD α-N

Breng op de startpunten 10 en 11 telkens 2 µl van de onder 5.1 verkregen monsteroplossingen op.

Bewaar de plaat onder stikstof tot aan het moment van chromatograferen.

5.2.2. Het ontwikkelen :

Plaats de plaat (5.2.1) in een vooraf met stikstof gespoelde chromatografiebak waarin zich een passende hoeveelheid van één der onder 3.2.2 genoemde loopvloeistoffen bevindt en die is verzadigd met de dampen van deze loopvloeistof. Chromatografeer, bij kamertemperatuur (20 tot 25 °C) en op een donkere plaats, tot de loopafstand van het front 15 cm bedraagt.

Neem de plaat uit de chromatografiebak en droog onder stikstof bij kamertemperatuur.

5.2.3. De detectie : Bespuit onmiddellijk na het drogen (5.2.2.) de plaat met de onder 3.2.3 genoemde vier detectiemiddelen.

5.2.4. De identificatie : Identificeer de oxidatiekleurstoffen aanwezig in het monster met behulp van de Rf-waarden en de kleur van de vlekken in de chromatogrammen verkregen door chromatograferen in de loopvloeistoffen 3.2.2 en bespuiten met de detectiemiddelen 3.2.3. Vergelijk hiertoe de Rf-waarden en de kleur van de vlekken in het chromatogram van het monster met die van de gelijktijdig gechromatografeerde referentiestoffen zowel als met de kleuren en Rf-waarden voor de referentiestoffen vermeld in tabel 1.

5.2.5. De semi-quantitatieve bepaling : Het gehalte van elke oxidatiekleurstof aanwezig in het monster wordt bepaald door visuele vergelijking van de intensiteit van de vlekken in het chromatogram van het monster met die van een reeks van vlekken met bekende concentratie van de geïdentificeerde verbindingen. Verdun de monsteroplossing 5.1 indien de semi-quantitatieve bepaling wordt bemoeilijkt doordat een (de) verbinding(en) in te hoge concentratie aanwezig zijn. Verdun de monsteroplossing eveneens indien het geschatte gehalte van één van de geïdentificeerde oxidatiekleurstoffen meer dan 0,25 % bedraagt.

Tableau I

Valeurs Rf et colorations obtenues immédiatement après révélation

Produits de référence (3.20)	Solvants de développement				Révélateurs			
	Rf				Colorations			
	3.2.2.1	3.2.2.2	3.2.2.3	3.2.2.4	Réactifs de diazoïque (3.23.1)	Réactif d'Ehrlich (3.23.2)	Réactif au diméthylphenol-chlorure ferrique (3.23.3)	Réactif au nitrate d'argent (3.23.4)
OPD	0,62	0,60	0,30	0,57	Brun faible	—	—	Brun faible
MPD	0,40	0,60	0,47	0,48	Brun violacé*	Jaune	Brun faible	Brun faible
PPD	0,20	0,50	0,30	0,48	Brun	Rouge vif*	Violet	Gris
OTD	0,60	0,60	0,53	0,60	Brun*	Orange faible	Brun faible	Brun gris
MTD	0,40	0,67	0,45	0,60	Brun rouge *	Jaune	Brun	Noir
PTD	0,33	0,65	0,37	0,70	Brun	Orange	Violet*	Gris
DAP	0,07	—	0	0,05	Brun*	Orange	Violet	Brun
H	0,50	0,35	0,80	0,20	—	Orange	Violet	Noir*
α-N	0,90	0,80	0,90	0,75	Orange brun	—	Violet*	Noir
P	0,37	—	0,67	0,05	Brun	Violet très faible	Brun très faible	Brun*
R	0,50	0,37	0,80	0,17	Orange*	Violet faible	Brun très faible	Brun faible

Notes : 1. L'OPD est faiblement révélé, le solvant (point 3.2.2.3) doit être utilisé pour le séparer nettement de l'OTD.
2. * indique la meilleure révélation.

Tabel I

Rf-waarden en kleuren na detectie van de referentiestoffen

Referentie stoffen (3.20)	Loopvloeistoffen				Detectiemiddelen			
	Rf				Kleur			
	3.22.1	3.22.2	3.22.3	3.22.4	Diazoreagens (3.23.1)	Ehrlich reagens (3.23.2)	Dimethylfenol- ferrichloride- reagens (3.23.3)	Zilver- nitraatreagens (3.23.4)
OFD	0,62	0,60	0,30	0,57	Zwak bruin	—	—	Zwak bruin
MFD	0,40	0,60	0,47	0,48	Violetbruin*	Geel	Zwak bruin	Zwak bruin
PFD	0,20	0,50	0,30	0,48	Bruin	Helrood*	Violet	Grijs
OTD	0,60	0,60	0,53	0,80	Bruin*	Zwak oranje	Zwak bruin	Grijsbruin
MTD	0,40	0,67	0,45	0,80	Roodbruin*	Geel	Bruin	Zwart
PTD	0,33	0,65	0,37	0,70	Bruin	Oranje	Violet*	Grijs
DAF	0,07	—	0	0,05	Bruin*	Oranje	Violet	Bruin
H	0,50	0,35	0,80	0,20	—	Oranje	Violet	Zwart*
α -N	0,90	0,80	0,90	0,75	Oranje bruin	—	Violet*	Zwart
P	0,37	—	0,67	0,05	Bruin	Zeer zwak violet	Zeer zwak bruin	Bruin*
R	0,50	0,37	0,80	0,17	Oranje*	Zwak violet	Zeer zwak bruin	Zwak bruin

- Opmerkingen : 1. De kleur van de OFD-vlek in het chromatogram is zwak; loopvloeistof 3.22.3 moet worden gebruikt om OFD duidelijk van OTD te scheiden.
2. * geeft de beste detectie aan.

6. Examen par chromatographie sur couche mince bidimensionnelle : La chromatographie sur couche mince bidimensionnelle décrite ici nécessite le recours aux réactifs suivants :

6.1. Substances et solutions de référence.

6.1.1. β -naphtol (β -N)

6.1.2. 2-aminophénol (OAP).

6.1.3. 3-aminophénol (MAP).

6.1.4. 4-aminophénol (PAP).

6.1.5. 2-nitro-p-phénylènediamine (2-NPPD).

6.1.6. 4-nitro-o-phénylènediamine (4-NOPD).

Préparer une solution à 0,5 % (m/v) de chacune des substances de référence supplémentaires comme indiqué au point 3.2.1.

6.2. Solvant de développement.

6.2.1. Acétate d'éthyle-cyclohexane-ammoniaque à 25 % (65-35-0,5, v).

6.3. Révélateur : Placer un récipient en verre dans une cuve de développement pour chromatographie sur couche mince, y introduire environ 2 g d'iode cristallisé et fermer la cuve.

6.4. Chromatographie :

6.4.1. Tracer comme indiqué sur la figure 1, deux lignes sur la couche adsorbante d'une plaque pour chromatographie sur couche mince (point 4.1.3).

6.4.2. Déposer sous azote sur le point de départ 1 (figure 1) 1 à 4 μ l d'extrait (point 5.1). La quantité dépend de l'intensité des taches obtenues sur le chromatogramme (point 5.2).

6.4.3. Déposer, partagés entre les points 2 et 3 (figure 1), les colorants d'oxydation identifiés (ou supposés identifiés) au point 5.2. Distance entre les points : 1,5 cm. Déposer 2 μ l de chacune des solutions de référence, à l'exception du DAP, dont il est nécessaire de déposer 6 μ l. Conduire l'opération sous azote.

6.4.4. Recommencer l'opération décrite au point 6.4.3 pour les points de départ 4 et 5 (figure 1) et conserver la plaque sous azote jusqu'à la chromatographie.

6. Onderzoek door middel van tweedimensionale dunnelaagchromatografie : Voor het uitvoeren van de hier beschreven tweedimensionale dunnelaagchromatografie zijn nog de volgende aanvullende reagentia en hulpstoffen benodigd :

6.1. Extra referentiestoffen en -oplossingen.

6.1.1. β -naftol (β -N)

6.1.2. 2-aminofenol (OAF).

6.1.3. 3-aminofenol (MAF).

6.1.4. 4-aminofenol (PAF).

6.1.5. 2-nitro-p-fenyleendiamine (2-NPFD).

6.1.6. 4-nitro-o-fenyleendiamine (4-NOFD).

Bereid een 0,5 %-oplossing (m/v) van iedere extra referentiestof op de wijze aangegeven in 3.2.1.

6.2. Extra loopvloeistof.

6.2.1. Ethylacetaat-cyclohexaan-ammoniak 25 % (65-35-0,5, v).

6.3. Extra detectiemiddel : Plaats een glazen schaal waarin ongeveer 2 g gekristalliseerd jodium aanwezig is, in een chromatografiebak en sluit deze goed af met een passend deksel.

6.4. Chromatografie :

6.4.1. Maak zoals aangegeven in figuur 1, een tweetal groeven in de absorbenslaag van een plaat voor dunnelaagchromatografie (4.1.3).

6.4.2. Breng 1 tot 4 μ l extract (5.1) onder stikstof op startpunt 1 (figuur 1), dat zich op 2 cm van de twee zijden bevindt. De hoeveelheid extract hangt af van de intensiteit van de in het chromatogram (5.2) verkregen vlekken.

6.4.3. Breng, verdeeld over de punten 2 en 3 (figuur 1) de in 5.2 geïdentificeerde (of vermeend geïdentificeerde) oxidatiekleurstoffen op. De afstand tussen de punten bedraagt 1,5 cm. Van iedere referentieoplossing wordt 2 μ l opgebracht met uitzondering van DAF, waarvan 6 μ l nodig is. Breng op onder stikstof.

6.4.4. Herhaal de in 6.4.3 beschreven handelingen voor de startpunten 4 en 5 (figuur 1) en bewaar de plaat tot het chromatografieren onder stikstof.

- 6.4.5. Purger une cuve à chromatographier, avec de l'azote et y introduire une quantité appropriée de solvant de développement (point 3.22.2). Placer la plaque (point 6.4.4) dans la cuve, et chromatographier dans la première direction d'éluion (figure 1) à l'obscurité. Chromatographier jusqu'à ce que le front du solvant ait parcouru au moins 13 cm.
- 6.4.6. Sortir la plaque de la cuve et la placer dans la cuve (point 4.1) purgée à l'azote pour évaporer les restes de solvant (pendant au moins 60 minutes).
- 6.4.7. Introduire avec une éprouvette graduée une quantité appropriée du solvant (point 6.2.1) dans une cuve purgée à l'azote, placer la plaque tournée de 90 ° par rapport à la première direction d'éluion (point 6.4.6) dans la cuve et chromatographier dans la deuxième direction dans l'obscurité jusqu'à ce que le front du solvant ait atteint la ligne tracée sur la couche adsorbante. Oter la plaque de la cuve et évaporer le solvant à l'air.
- 6.4.8. Exposer la plaque pendant 10 minutes dans la cuve à chromatographier aux vapeurs d'iode (point 6.3) et interpréter le chromatogramme bidimensionnel à l'aide des références chromatographiées en même temps (tableau II).

Remarque : Pour obtenir une coloration maximale des taches, laisser le chromatogramme à l'air pendant une demi-heure après la révélation.

- 6.4.9. La présence des colorants d'oxydation trouvés au point 6.4.8 peut être confirmée de façon indubitable en recommençant les manipulations décrites aux points 6.4.1 à 6.4.8 inclus, en veillant à ajouter sur le point de départ 1, en plus de la quantité d'extrait prescrite au point 6.4.2, 1 µl des substances de référence identifiées au point 6.4.8.

Si aucune autre tache n'est trouvée, l'interprétation du chromatogramme primitif est exacte.

Tableau II

Couleur des substances de référence après chromatographie et révélation aux vapeurs d'iode

Substances de référence	Couleurs après révélation aux vapeurs d'iode
R	Beige
P	Brun
α-N	Violet
β-N	Brun clair
H	Violet brun
MP	Jaune brun
PPD	Violet brun
MTD	Brun foncé
PTD	Jaune brun
DAP	Brun foncé
AOP	Orange
MAP	Jaune brun
PAP	Violet brun
2-NPPD	Brun
4-NOPD	Orange

- 6.4.5. Spoel een chromatografiebak met stikstof en breng een passende hoeveelheid loopvloeistof (3.22.2) in de bak. Plaats de dunnelaagplaat 6.4.4 in de bak en chromatografeer op een donkere plaats in de eerste looprichting (figuur 1). Chromatografeer tot het front van de loopvloeistof de onderbreking van de absorbenslaag heeft bereikt (13 cm).
- 6.4.6. Neem de plaat uit de chromatografiebak en plaats hem ter verdamping van de loopvloeistofresten gedurende ten minste 60 minuten in de bak (4.1) die met stikstof wordt gespoeld.
- 6.4.7. Breng met behulp van een maatcilinder een passende hoeveelheid loopvloeistof (6.2.1) in een met stikstof gespoelde chromatografiebak, plaats de dunnelaagplaat 90 ° gedraaid ten opzichte van de eerste looprichting (6.4.6) in de bak en chromatografeer (op een donkere plaats) in de tweede looprichting tot het front van de loopvloeistof de onderbreking in de absorbenslaag bereikt. Neem de plaat uit de chromatografiebak en laat de loopvloeistof aan de lucht verdampen.
- 6.4.8. Plaats de plaat gedurende 10 minuten in de chromatografiebak met jodiumdampen (6.3) en interpreteer het tweedimensionale chromatogram met behulp van de Rf-waarden en de kleur van de gelijktijdig gechromatografeerde referentiestoffen (tabel II).

Opmerking : Ter verkrijging van een zo sterk mogelijke kleur van de vlekken wordt het chromatogram na de detectie een half uur lang aan de lucht blootgesteld.

- 6.4.9. De aanwezigheid van de in 6.4.8 gevonden oxidatiekleurstoffen kan op ondubbelzinnige wijze worden bevestigd door de onder 6.4.1 tot en met 6.4.8 beschreven werkwijze opnieuw toe te passen en daarbij op het startpunt 1, behalve de in 6.4.2 voorgeschreven hoeveelheid extract ook 1 µl van de in 6.4.8 geïdentificeerde referentiestoffen op te brengen.

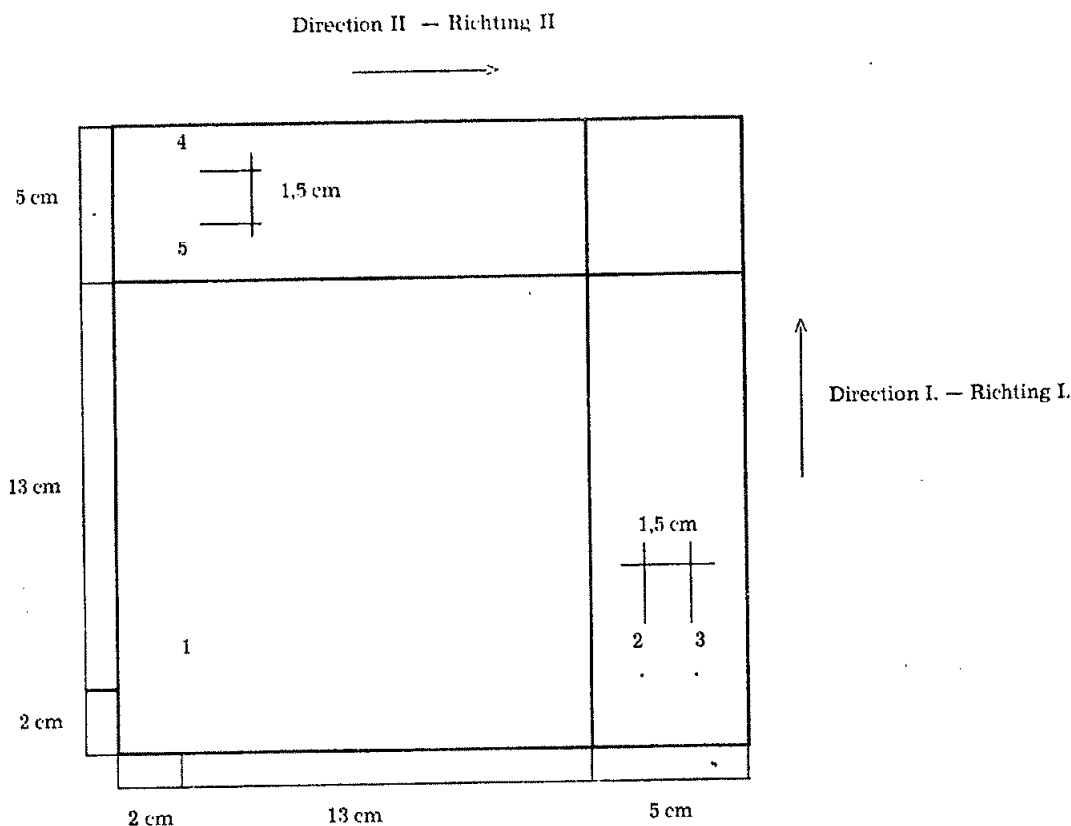
Als het chromatogram in vergelijking met het in 6.4.8 verkregen beeld geen andere vlekken vertoont, was de interpretatie van het chromatogram 6.4.8 juist.

Tabel II

Kleur van de referentiestoffen na chromatografie en detectie met jodiumdampen

Referentie-stoffen	Kleuren na detectie met jodiumdampen
R	Beige
P	Bruin
α-N	Paars
β-N	Helderbruin
H	Paarsbruin
MP	Geelbruin
PFD	Paarsbruin
MTD	Donkerbruin
PTD	Geelbruin
DAF	Donkerbruin
AOF	Oranje
MAF	Geelbruin
PAF	Paarsbruin
2-NPFD	Bruin
4-NOFD	Oranje

Figure 1 — Figuur 1



IX. Identification et dosage des nitrites

A. Identification :

1. **Objet et champ d'application :** Cette méthode convient à l'identification des nitrites dans les produits cosmétiques. Elle est applicable en particulier aux crèmes, aux produits pâteux et aux dentifrices.
2. **Principe :** La caractérisation des nitrites se fait à l'aide de la 2-aminobenzaldéhyde phényl-hydrzone.
3. **Réactifs :** Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.
 - 3.1. **Acide sulfurique dilué :** diluer 2 ml d'acide sulfurique concentré ($d_4^{20} = 1,84$) dans 11 ml d'eau distillée.
 - 3.2. **Acide chlorhydrique dilué :** diluer 1 ml d'acide chlorhydrique concentré ($d_4^{20} = 1,19$) dans 11 ml d'eau distillée.
 - 3.3. Méthanol.
 - 3.4. **Solution de 2-aminobenzaldéhyde phényl-hydrzone (réactif nitrine^B) dans du méthanol.**
Peser 2 g de nitrine^B et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. ajouter goutte à goutte 4 ml d'acide chlorhydrique dilué (point 3.2) et agiter. Compléter avec du méthanol et mélanger jusqu'à ce que la solution soit tout à fait limpide. Conserver la solution dans un flacon de verre brun (point 4.3).
4. **Appareillage :**
 - 4.1. Bêchers de 50 ml.
 - 4.2. Fiole jaugée de 100 ml.
 - 4.3. Flacon de verre brun de 125 ml.
 - 4.4. Plaquette en verre de 10 × 10 cm.
 - 4.5. Spatule en matière synthétique.
 - 4.6. Papier filtre de 10 × 10 cm.

IX. De identificatie en de kwantitatieve bepaling van nitriet

A. De identificatie :

1. **Doel en toepassingsgebied :** Deze methode is geschikt voor de identificatie van nitriet in cosmetica. De methode is in het bijzonder toepasbaar op crèmes en pasta-achtige produkten evenals tandpasta.
2. **Beginsel :** Het specifiek aantonen van nitriet geschiedt met behulp van fenyhydrazone van 2-aminobenzaldehyde.
3. **Reagentia :** Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.
 - 3.1. **Verdund zwavelzuur :** Verdun 2 ml geconcentreerd zwavelzuur ($d_4^{20} = 1,84$) met 11 ml gedistilleerd water.
 - 3.2. **Verdund zoutzuur :** Verdun 1 ml geconcentreerd zoutzuur ($d_4^{20} = 1,19$) met 11 ml gedistilleerd water.
 - 3.3. Methanol.
 - 3.4. **Oplossing van 2-aminobenzaldehydfenyhydrazone (nitrine^B) in methanol :**
Weeg 2,0 gram 2-aminobenzaldehydfenyhydrazone (nitrine^B Merck of equivalent) af en breng deze kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml. Voeg druppelsgewijs 4 ml verdund zoutzuur (3.2) toe en zwenk om. Vul met methanol tot de maatstreep aan en meng tot de oplossing geheel helder is. Bewaar de oplossing in een bruin glazen fles (4.3).
4. **Hulpmiddelen :**
 - 4.1. Bekerglazen van 50 ml.
 - 4.2. Maatkolf van 100 ml.
 - 4.3. Bruin glazen fles, 125 ml.
 - 4.4. Glasplaat, 10 × 10 cm.
 - 4.5. Spatel van kunststof.
 - 4.6. Filtreerpapier, 10 × 10 cm.

5. Mode opératoire :

- 5.1. Étendre uniformément une partie de l'échantillon à examiner sur la plaque de verre (point 4.4). Veiller à ce que l'épaisseur de la couche n'exécède pas 1 cm.
- 5.2. Tremper une feuille de papier filtre (point 4.6) dans de l'eau distillée et la déposer sur l'échantillon en l'appliquant convenablement à l'aide de la spatule (point 4.5).
- 5.3. Attendre environ une minute et verser au centre du papier filtre :
 - 2 gouttes d'acide sulfurique dilué (point 3.1) puis,
 - 2 gouttes de la solution de nitrite (point 3.4).
- 5.4. Après 5 à 10 secondes, enlever le papier filtre et l'examiner à la lumière du jour. Une coloration rouge violet indique la présence de nitrites.

Lorsque la teneur en nitrites est peu élevée, la coloration violette vire au jaune en 5 à 15 secondes. Ce virage n'intervient qu'après une à deux minutes en présence de quantités plus importantes de nitrites.

6. Remarque : L'intensité de la coloration violette ainsi que la durée du virage au jaune peut donner une indication de la teneur en nitrite de l'échantillon.

B. Dosage :

1. Objet et champ d'application : La méthode indiquée ci-après est adaptée au dosage des nitrites dans les produits cosmétiques.
2. Définition : La teneur de l'échantillon en nitrite, déterminée selon cette méthode, est exprimée en pourcentage de la masse de nitrite de sodium.
3. Principe : Après dilution et clarification de l'échantillon, on réalise une réaction colorimétrique avec le nitrite (α -naphthyl-éthylène diamine) et l'intensité de la coloration obtenue est mesurée à 538 nm.
4. Réactifs : Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.
 - 4.1. Réactifs de clarification (ces réactifs ne peuvent pas être utilisés plus d'une semaine après leur préparation).
 - 4.1.1. Réactif I (Carrez I) : Dissoudre 106 g de ferrocyanure de potassium $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ dans de l'eau distillée et compléter à 1 000 ml.
 - 4.1.2. Réactif II (Carrez II) : Dissoudre 219,5 g d'acétate de zinc $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ et 30 ml d'acide acétique glacial dans de l'eau distillée et compléter à 1 000 ml.
 - 4.2. Solution de nitrite de sodium : Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 0,500 g de nitrite de sodium dans de l'eau distillée et compléter au trait de jauge. Diluer 10,0 ml de cette solution mère jusqu'à 500 ml. 1 ml de cette dernière solution = 10 μ g de $NaNO_2$.
 - 4.3. Solution d'hydroxyde de sodium normale, 1 N : Prendre 4,0 g NaOH et ajouter 100 ml d'eau distillée.
 - 4.4. Solution à 0,2 % de chlorhydrate de sulfanilamide : Dissoudre 2 g de sulfanilamide dans 800 ml d'eau en chauffant. Refroidir et ajouter 100 ml d'HCl concentré en agitant. Compléter à 1 000 ml.
 - 4.5. Acide chlorhydrique 5 N.
 - 4.6. Réactif au N-(α -naphthyl) : Cette solution sera préparée le jour même de son utilisation. Dissoudre 0,1 g de dichlorhydrate de N-(α -naphthyl)-éthylène-diamine dans de l'eau et compléter à 100 ml.
5. Appareillage :
 - 5.1. Balance analytique.
 - 5.2. Fioles jaugées de 100, 250, 500 et 1 000 ml.
 - 5.3. Pipettes jaugées de 2, 4, 6, 8, 10 et 25 ml.
 - 5.4. Eprouvettes de 100 ml.
 - 5.5. Filtre plissé exempt de nitrite, de 15 cm de diamètre.
 - 5.6. Bain-marie.
 - 5.7. Spectrophotomètre avec cuves de 1 cm de trajet optique.
 - 5.8. pH-mètre.
 - 5.9. Microburette de 10 ml.
 - 5.10. Becher de 250 ml.

5. Werkwijze :

- 5.1. Strijk een deel van het te onderzoeken monster gelijkmatig uit over de glasplaat (4.4). Zorg ervoor, dat de laagdikte ten hoogste 1 cm bedraagt.
- 5.2. Drenk een blad filtreerpapier (4.6) in gedistilleerd water en leg het op het monster; druk het papier met behulp van een spatel (4.5) goed aan.
- 5.3. Wacht ongeveer één minuut en breng vervolgens in het midden van het filtreerpapier :
 - 2 druppels verdund zwavelzuur (3.1) en daarna,
 - 2 druppels nitritereagens (3.4).
- 5.4. Neem na 5 tot 10 seconden het filtreerpapier op en bekijk het bij daglicht. Een paarsrode verkleuring wijst op de aanwezigheid van nitriet.

Wanneer het nitrietgehalte laag is verandert de paarsrode kleur reeds na 5 tot 15 seconden in geel. Deze kleuromslag vindt pas na 1 tot 2 minuten plaats wanneer grotere hoeveelheden nitriet aanwezig zijn.

6. Opmerking : De intensiteit van de paarsrode kleur, evenals de tijd benodigd voor de kleuromslag in geel kan een indicatie geven van het gehalte aan nitriet in het produkt.

B. De bepaling :

1. Doel en toepassingsgebied : Dit voorschrift beschrijft de bepaling van nitriet in cosmetica.
2. Definitie : Het gehalte aan nitriet van het monster bepaald volgens deze methode wordt uitgedrukt in massaprocenten (m/m) natriumnitriet.
3. Beginsel : Na verdunning met water en klaring van het monster wordt een kleurreactie op nitriet (α -naftyl-ethyleen diamine) uitgevoerd. De aldus verkregen kleuring wordt bij 538 nm gemeten.
4. Reagentia : Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.
 - 4.1. De volgende klaringreagentia mogen niet ouder zijn dan een week.
 - 4.1.1. Carrez-I-reagens : Los 106 g kaliumhexacyanoferraat (II) $(K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O)$ op in gedistilleerd water en vul aan tot 1 000 ml.
 - 4.1.2. Carrez II-reagens : Los 219,5 g zinkacetaat $(Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O)$ en 30 ml ijsazijn op in gedistilleerd water en vul aan tot 1 000 ml.
 - 4.2. Natriumnitrietoplossing : In een maatkolf van 1 000 ml wordt 0,500 g natriumnitriet opgelost en aangevuld tot 100 ml. Verduñ 10,0 ml van deze stamoplossing tot 500 ml; 1 ml van deze oplossing bevat 10 μ g $NaNO_2$.
 - 4.3. Natriumhydroxydeoplossing, 1 N : Los 4,0 g NaOH op in gedistilleerd water en vul aan tot 100 ml.
 - 4.4. Sulfanilamidehydrochlorideoplossing 0,2 % : Los 2,0 g sulfanilamide onder verwarmen op in 800 ml water. Koel af en voeg onder roeren 100 ml geconcentreerd HCl toe. Vul aan tot 1 000 ml.
 - 4.5. Zoutzuur 5 N.
 - 4.6. N-(α -naftylethyleendiaminedihydrochloridereagens, afgekort N-(α -naftyl)reagens : Los 0,1 g N-(α -naftylethyleendiaminedihydrochloride op in water en vul aan tot 100 ml. Deze oplossing moet op dezelfde dag van de bepaling worden bereid.
5. Toestellen en hulpmiddelen :
 - 5.1. Analytische balans.
 - 5.2. Maatkolven van resp. 100, 250, 500 en 1 000 ml.
 - 5.3. Volpipetten van 2, 4, 6, 8, 10 en 25 ml.
 - 5.4. Maatcilinders van 100 ml.
 - 5.5. Vouwfilters, nitrietvrij, diameter 15 cm.
 - 5.6. Waterbad (met verwarming).
 - 5.7. Spectrofotometer met cuvetten met een optische weglengte van 1 cm.
 - 5.8. pH-meter.
 - 5.9. Microburet 10 ml.
 - 5.10. Bekerglas, 250 ml.

6. Mode opératoire :

- 6.1. Peser avec une précision de 0,1 mg environ 0,5 g (m) de l'échantillon homogénéisé et les introduire dans un bécber de 250 ml. Diluer jusqu'à un volume d'environ 150 ml avec de l'eau distillée chaude. Placer le bécber pendant une demi-heure dans un bain-marie à 80 °C en agitant de temps en temps.
- 6.2. Refroidir la température ambiante et ajouter successivement en agitant 2 ml du réactif de Carrez I (point 4.1.1) et 2 ml du réactif de Carrez II (point 4.1.2).
- 6.3. Ajuster le pH à 8,3 au pH-mètre, avec une solution N d'hydroxyde de sodium. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter jusqu'au trait avec de l'eau distillée.
- 6.4. Mélanger et filtrer sur filtre plissé (point 5.5).
- 6.5. Pipeter une quantité convenable (V ml) du filtrat clair ne dépassant pas 25 ml, dans une fiole jaugée de 100 ml; diluer avec de l'eau distillée jusqu'à 60 ml.
- 6.6. Mélanger, ajouter 10,0 ml de chlorhydrate de sulfanilamide (point 4.4) puis 6,0 ml d'acide chlorhydrique 5 N (point 4.5). Mélanger et laisser reposer pendant 5 minutes. Ajouter 2,0 ml du réactif N-(α -naphtyl) (point 4.6) mélanger et laisser reposer pendant 3 minutes. Compléter à 100 ml et mélanger.
- 6.7. Préparer un essai à blanc en répétant les opérations effectuées aux points 6.5 et 6.6 sans addition du réactif N (α -naphtyl) (point 4.6).
- 6.8. Mesurer (point 5.7) la densité optique à 538 nm de la solution échantillon (point 6.6) par rapport à l'essai à blanc (point 6.7).
- 6.9. Lire sur la courbe d'étalonnage (point 6.10) la teneur en nitrite de sodium en μg par 100 ml de solution (m_1) correspondant à la densité optique trouvée pour l'échantillon (point 6.8).
- 6.10. Courbe d'étalonnage. Préparer à l'aide de la solution de nitrite de sodium (point 4.2) une courbe d'étalonnage dans la gamme de 0 - 20 - 40 - 60 - 80 - 100 μg de nitrite de sodium par 100 ml.

7. Calcul :

Calculer la teneur en nitrite de sodium de l'échantillon en pourcentage de la masse à l'aide de la formule suivante :

$$\% \text{NaNO}_2 = \frac{250}{V} \times m_1 \times 10^{-6} \times \frac{100}{m} = \frac{m_1}{V \times m \times 40}$$

où :

- m = la masse en g de l'échantillon soumis à l'analyse (point 6.1);
- m_1 = la teneur en nitrite de sodium en microgrammes trouvée conformément aux indications du point 6.9;
- V = le nombre de ml de filtrat utilisés pour la mesure (point 6.5).

8. Répétabilité : Selon la norme ISO 5725 :

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

X. Identification et dosage du formaldéhyde libre

1. Objet et champ d'application : La méthode décrit l'identification et le dosage du formaldéhyde libre. Elle est applicable à tous produits cosmétiques et comporte trois parties :

1.1. Identification.

- 1.2. Dosage par colorimétrie à l'acétylacétone : Cette méthode ne s'applique pas lorsque le formaldéhyde est combiné, ou polymérisé dans le cas des donneurs de formol. Si le résultat dépasse la concentration maximale autorisée dans le produit fini, on utilise la méthode suivante.

6. Werkwijze :

- 6.1. Weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig ongeveer 0,5 g (m) van het gehomogeniseerde monster af in een bekersglas van 250 ml. Verdun met warm gedistilleerd water tot ongeveer 150 ml. Plaats het bekersglas gedurende een half uur in een waterbad van 80 °C. Zwenk de inhoud af en toe om.
- 6.2. Koel af tot kamertemperatuur en voeg met een maatpipet en onder zwenken achtereenvolgens 2 ml van het Carrez I- (4.1.1) en II-reagens (4.1.2) toe.
- 6.3. Breng met behulp van een pH-meter en door toevoeging van 1 N NaOH (4.3) de pH op 8,3. Breng de inhoud kwantitatief over in een maatkolf van 250 ml en vul aan tot de maatstreep.
- 6.4. Meng en filtreer over een vouwfilter (5.5).
- 6.5. Breng een passend aliquot (V ml) van het heldere filtraat (echter niet meer dan 25 ml), met behulp van een maatpipet over in een maatkolf van 100 ml en vul aan tot circa 60 ml.
- 6.6. Voeg na menging 10,0 ml sulfanilamidehydrochloride (4.4) en vervolgens 6,0 ml 5 N zoutzuur (4.5) toe. Meng en laat 5 minuten staan. Voeg 2,0 ml N- α -naphylreagens (4.6) toe, meng en laat 3 minuten staan. Vul aan met water tot 100 ml en meng.
- 6.7. Maak een blanco-meetoplossing door het onder 6.5 en 6.6 gestelde te herhalen, evenwel zonder toevoeging van het N- α -naphylreagens (4.6).
- 6.8. Bepaal de absorptie (5.7) van de volgens 6.6 verkregen oplossing bij 538 nm met als blanco de volgens 6.7 verkregen oplossing.
- 6.9. Bereken met behulp van de ijklijn (6.10) het nitrietgehalte, uitgedrukt als microgrammen natriumnitriet per 100 ml oplossing (m_1), dat overeenkomt met de volgens 6.8 gemeten absorptie.
- 6.10. Ijklijn : Maak en ijklijn voor de absorptie met behulp van de standaard natriumnitrietoplossing (4.2) voor de reeks 0 - 20 - 40 - 60 - 80 - 100 μg natriumnitriet per 100 ml.

7. Berekening :

Bereken het gehalte aan natriumnitriet van het monster in massaprocenten met behulp van de volgende formule :

$$\% \text{NaNO}_2 = \frac{250}{V} \times m_1 \times 10^{-6} \times \frac{100}{m} = \frac{m_1}{V \times m \times 40}$$

waarin :

- m = de massa van het in onderzoek genomen monster in g (6.1);
- m_1 = het gehalte aan natriumnitriet in μg afgelezen onder 6.9;
- V = de hoeveelheid filtraat in ml gebruikt voor de meting (6.5).

8. Herhaalbaarheid : Volgens de norm ISO 5725 :

Bij een nitrietgehalte van 0,2 % (m/m) mag het verschil tussen de meetuitkomsten van twee bepalingen gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden en voor hetzelfde monster niet meer bedragen dan 0,005 %.

X. De identificatie en bepaling van vrij formaldéhyde

1. Doel en toepassingsgebied : De methode beschrijft de identificatie en de bepaling van het vrije formaldéhyde in cosmetische producten. De methode is toepasbaar op alle cosmetische producten en bestaat uit drie gedeelten :

1.1. Identificatie.

- 1.2. Bepaling van acétylaceton (colorimetrisch) : Deze bepaling is niet goed toepasbaar bij gebonden of gepolymeriseerd formaldéhyde, zoals dat het geval is bij de z.g. formaldéhydedonoren. In gevallen waarbij deze methode een meetwaarde geeft, die de maximaal toelaatbare concentratie in het eindproduct overschrijdt, moet de volgende titrimetrische bepaling met bisulfiet worden uitgevoerd.

- 1.3. Dosage au bisulfite : Il évite la prise en compte du formaldéhyde combiné ou polymérisé dans le cas des donneurs de formol. Cependant certaines combinaisons labiles (l'hexaméthylène tétramine par exemple) sont dosées. De plus, en présence de solution tampon, la mesure d'alcalinité est délicate.
2. Définition : La teneur de l'échantillon en formaldéhyde libre déterminée selon cette méthode est exprimée en pourcentage de la masse de formaldéhyde.
3. Principe :
- 3.1. Partie I : Le formaldéhyde en milieu sulfurique donne une coloration rose ou mauve en présence du réactif de Schiff.
- 3.2. Partie II : Le formaldéhyde réagit avec l'acétylacétone en présence d'acétate d'ammonium pour former le 3,5-diacétyl-1,4-dihydrolutidine. Celui-ci est extrait avec le butanol-1. La densité optique de l'extrait est mesurée à 410 nm.
- 3.3. Partie III : Le formaldéhyde réagit avec le sulfite en milieu acide à 0 °C pour former un composé d'addition. Les protons en excès sont titrés par l'hydroxyde de sodium. Les protons consommés constituent la base de calcul pour déterminer la quantité de formaldéhyde. Un essai à blanc sans sulfite permet de mesurer l'alcalinité ou l'acidité du milieu.
4. Réactifs : Tous les réactifs doivent être de qualité analytique :
- 4.1. Acide acétique concentré.
- 4.2. Acétate d'ammonium anhydre.
- 4.3. Butanol-1.
- 4.4. Acide sulfurique environ 2 N.
- 4.5. Solution de sulfite de sodium 0,1 M fraîchement préparée.
- 4.6. Réactif de Schiff : Dans un bécher, peser 100 mg de fuchsine; les dissoudre dans 75 ml d'eau à 80 °C. Après refroidissement, ajouter 2,5 g de sulfite de sodium hydraté à 7H₂O et 1,5 ml d'acide chlorhydrique concentré ($d_4^{20} = 1,19$). Compléter à 100 ml (durée de conservation : 2 semaines).
- 4.7. Réactif à l'acétylacétone : Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre : 150 g d'acétate d'ammonium; 2 ml d'acétylacétone fraîchement distillé sous pression réduite et ne devant présenter aucune absorption à 410 nm; 3 ml d'acide acétique concentré. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau (pH de la solution environ 6,4). Ce réactif doit être fraîchement préparé.
- 4.8. Solution titrée d'acide sulfurique 0,1 N.
- 4.9. Solution titrée d'hydroxyde de sodium 0,1 N.
- 4.10. Solution titrée d'iode 0,1 N.
- 4.11. Solution titrée de thiosulfate de sodium 0,1 N.
- 4.12. Formaldéhyde étalon : solution mère : Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 5 g de formaldéhyde titrant 37 à 40 % et compléter à 1 000 ml. Détermination du titre de la solution mère : Prélever 10,00 ml, ajouter 25,00 ml de solution titrée d'iode 0,1 N et 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium N. Laisser reposer 5 minutes. Acidifier par 11 ml d'HCl N et doser l'iode en excès par une solution titrée de thiosulfate de sodium 0,1 N en présence d'emplois d'amidon comme indicateur. 1 ml de solution d'iode 0,1 N consommée correspond à 1,5 mg de formaldéhyde.
- 4.13. Formaldéhyde étalon : solution diluée : Réaliser successivement une dilution au 1/20 puis une dilution au 1/100 de la solution mère dans l'eau déminéralisée. 1 ml de cette solution contient environ 1 µg de formaldéhyde. Calculer sa teneur exacte.
- 4.14. Solution de thymolphtaléine : 0,1 g par 100 ml d'éthanol à 50 % v/v.
- 4.15. Réactif (point 4.7) sans acétylacétone.
5. Appareillage :
- 5.1. Matériel courant de laboratoire.
- 5.2. Filtre « séparateur de phase » réf. Whatman 1 PS (ou équivalent).
- 5.3. Centrifugeuse.
- 5.4. Spectrophotomètre.
- 1.3. Bepaling van bisulfiet (titrimetrisch) : Bij deze bepaling wordt het gebonden formaldéhyde (gepolymeriseerd of gebonden, bij de formaldehydedonoren) niet mede bepaald. Sommige labiele formaldehydedonoren, b.v. hexamethyleentetramine, worden echter mede bepaald. Voorts kan door de aanwezigheid van buffers het equivalentiepunt minder scherp worden.
2. Definitie : Het volgens deze methode bepaalde vrije formaldehydegehalte wordt uitgedrukt in massaprocenten (m/m) van de waar.
3. Beginsel :
- 3.1. Identificatie : Het formaldehyde geeft een paars-rose verkleuring met het reagens van Schiff, door de reactie met het aanwezige zwaveligzuur.
- 3.2. Bepalingen met acetylaceton (colorimetrisch) : Het formaldehyde vormt met acetylaceton in aanwezigheid van ammoniumacetaat het gekleurde 3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutidine, dat na extractie in 1-butanol gemeten wordt bij 410 nm.
- 3.3. Bepaling van bisulfiet (titrimetrisch) : Bij 0 °C reageert het formaldehyde in zuur milieu met sulfiet tot een additieve verbinding. De overmaat zuur wordt teruggetitreerd met natriumhydroxide. Tevens wordt de titratie met natriumhydroxide op dezelfde wijze uitgevoerd zonder toevoeging van sulfiet. Uit deze gegevens kan de hoeveelheid vrij formaldehyde in het monster worden berekend.
4. Reagentia : Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn :
- 4.1. Ijszijn.
- 4.2. Ammoniumacetaat, anh.
- 4.3. 1-butanol.
- 4.4. Zwavelzuur 2 N.
- 4.5. Natriumsulfietoplossing 0,1 M vers bereid.
- 4.6. Reagens van Schiff : Los in een maatkolf van 100 ml 100 mg fuchsine op in 75 ml water van 80 °C. Koel af en voeg 2,5 g natriumsulfiet (Na₂SO₃·7H₂O) en 1,5 ml geconcentreerd zoutzuur ($d_4^{20} = 1,19$) toe. Vul aan tot 100 ml. Dit reagens is twee weken houdbaar en moet kleurloos zijn bij gebruik.
- 4.7. Acetylaceton reagens : Los in een maatkolf van 1 000 ml op 150 g ammoniumacetaat (4.2), 2 ml acetylaceton (vers gedistilleerd onder verminderde druk; het mag bij 410 nm geen absorptie vertonen) en 3 ml ijszijn (4.1). Vul aan tot 1 000 ml (de pH van de oplossing is ca. 6,4). Dit reagens dient vers te worden bereid.
- 4.8. Gestelde oplossing van H₂SO₄ 0,1 N.
- 4.9. Gestelde oplossing van natriumhydroxide 0,1 N.
- 4.10. Gestelde oplossing van jodium 0,1 N.
- 4.11. Gestelde oplossing van natriumthiosulfaat 0,1 N.
- 4.12. Stokoplossing formaldehyde : Verdun 5 g formaldehyde 37-40 % met water tot een volume van 1 000 ml. Bepaal de titer van deze stokoplossing op de volgende wijze : Pipetteer 10,00 ml van deze oplossing. Voeg 25,00 ml jodiumoplossing 0,1 N en 10 ml natriumhydroxideoplossing 1 N toe. Meng en laat het mengsel 5 minuten staan. Voeg 11 ml HCl 1 N en titreer de overmaat jodium met natriumthiosulfaat 0,1 N met behulp van een zetmeeloplossing als indicator. 1 ml jodium 0,1 N is equivalent met 1,5 mg formaldehyde.
- 4.13. Referentieoplossing formaldehyde : Pipetteer 5 ml van de stokoplossing (4.10) in een maatkolf van 100 ml en vul aan tot de maatstreep. Pipetteer vervolgens 5 ml van deze verdunde oplossing in een maatkolf van 500 ml en vul aan met water tot de maatstreep. 1 ml van deze referentieoplossing bevat circa 1 µg formaldehyde. Bereken het exacte gehalte.
- 4.14. Thymolphtaléineoplossing : 0,1 g/100 ml ethanol 50 % v/v.
- 4.15. Referentieoplossing van 4.7, zonder acetylaceton.
5. Apparatuur en hulpmiddelen :
- 5.1. Gebruikelijke laborariumapparatuur.
- 5.2. « Fase-scheiding-filter », b.v. Whatman 1 PS of gelijkwaardig.
- 5.3. Centrifuge.
- 5.4. Spectrofotometer.

- 5.5. Cuves de verre de 1 cm de parcours optique.
- 5.6. Potentiographe.
- 5.7. Electrodes verre/calomel (il est recommandé d'utiliser des électrodes spéciales basse température).
6. Mode opératoire :
- 6.1. Identification.
- 6.1.1. Dans un bécher de 10 ml introduire environ 2 g d'échantillon.
- 6.1.2. Ajouter 2 gouttes de H_2SO_4 2 N (point 4.4) et 2 ml de réactif de Schiff (point 4.6) (Ce réactif doit être rigoureusement incolore au moment de l'emploi.)
Agiter, laisser en contact 5 minutes.
- 6.1.3. Si dans les 5 minutes une coloration rose ou mauve est observée, la quantité de formaldéhyde présente est supérieure à 0,01 %. Procéder alors au dosage selon le mode opératoire du point 6.2 et si nécessaire du point 6.3.
- 6.2. Dosage colorimétrique à l'acétylacétone.
- 6.2.1. Solution échantillon.
- 6.2.1.1. Dans une fiole jaugée de 100 ml peser à 0,001 g près une masse d'échantillon pour essai (en g) correspondant à une quantité présumée de formaldéhyde d'environ 150 µg.
- 6.2.1.2. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger (solution S).
- 6.2.1.3. Dans une fiole conique de 50 ml ajouter :
10,00 ml de solution S.
5,00 ml de réactif à l'acétylacétone (point 4.7).
De l'eau déminéralisée pour obtenir un volume de 30 ml.
Mélanger.
- 6.2.2. Solution témoin : L'interférence éventuelle d'une coloration de fond dans l'échantillon pour essai est éliminée de la manière suivante :
Dans une fiole conique de 50 ml ajouter :
10,0 ml de solution S.
5,0 ml du réactif (point 4.15).
De l'eau déminéralisée pour obtenir un volume de 30 ml.
- 6.2.3. Essai à blanc :
Dans une fiole conique de 50 ml ajouter :
5,0 ml de réactif à l'acétylacétone (point 4.7).
De l'eau déminéralisée pour obtenir un volume de 30 ml.
Mélanger.
- 6.2.4. Dosage.
- 6.2.4.1. Agiter les mélanges préparés aux points 6.2.1.3, 6.2.2 et 6.2.3. Immerger les fioles coniques dans un bain-marie à 60° C pendant exactement 10 mn. Refroidir pendant 2 minutes dans un bain d'eau glacée.
- 6.2.4.2. Transvaser dans une ampoule à décanter de 50 ml contenant 10 ml de butanol-1 (point 4.3). Rincer avec 3 à 5 ml d'eau. Agiter fortement le mélange pendant 30 secondes exactement. Laisser décanter.
- 6.2.4.3. Filtrer sur filtre « séparateur de phase » (point 5.2) dans les cuves de mesure. Une centrifugation (5 000 tours minutes pendant 5 minutes) est également utilisable.
- 6.2.4.4. Mesurer la densité optique A_{410} de l'extrait de la solution échantillon obtenue au point 6.2.1.3 contre l'extrait de la solution témoin du point 6.2.2.
- 6.2.4.5. De la même façon mesurer l'extrait de l'essai à blanc obtenu au point 6.2.3 contre du butanol-1 (A').
NB : Toutes ces opérations doivent être exécutées dans un délai de 25 minutes à partir du moment où la fiole conique est placée dans le bain-marie à 60 °C.
- 6.2.5. Courbe d'étalonnage.
- 6.2.5.1. Dans une fiole conique de 50 ml introduire :
5,00 ml de solution étalon diluée (point 4.13).
5,00 ml de réactif à l'acétylacétone (point 4.7).
De l'eau déminéralisée pour obtenir un volume final de 30 ml.
- 6.2.5.2. Continuer selon les indications du point 6.2.4.5 et mesurer la densité optique par rapport au butanol 1 (point 4.3)
- 5.5. Glascuvetten met optische weglengte van 1 cm.
- 5.6. Potentiograaf.
- 5.7. Glas/calomel elektroden (het verdient aanbeveling z.g. « lage temperatuur » elektroden te gebruiken).
6. Werkwijze :
- 6.1. Identificatie.
- 6.1.1. Breng ca. 2g van het monster over in een bekersglas van 10 ml.
- 6.1.2. Voeg 2 druppels zwavelzuur 2 N (4.4) en 2 ml reagens van Schiff (4.6) toe. Het reagens van Schiff moet voor de toevoeging kleurloos zijn. Meng door schudden en laat het mengsel 5 minuten staan.
- 6.1.3. Indien binnen 5 minuten een rose of paars-rose kleur wordt waargenomen, bedraagt de hoeveelheid HCHO meer dan 0,01 %. Bepaal dan kwantitatief volgens 6.2 en indien nodig ook volgens 6.3.
- 6.2. Bepaling met acetylaceton (colorimetrisch).
- 6.2.1. Monsteroplossing.
- 6.2.1.1. Weeg nauwkeurig een hoeveelheid monster (in gram) af, overeenkomende met circa 150 µg HCHO.
- 6.2.1.2. Verdun tot 100 ml met gedemineraliseerd water en meng.
- 6.2.1.3. Pipetteer in een 50 ml erlenmeyerkolf :
10,00 ml van de oplossing 6.2.1.2.
5,00 ml acetylacetonreagens (4.7)
15 ml gedemineraliseerd water.
Meng.
- 6.2.2. Referentieoplossing : (ter eliminatie van de storing door mogelijke achtergrondkleuring van het monster) :
Pipetteer in een 50 ml erlenmeyerkolf :
10,0 ml van de verdunde monsteroplossing (6.2.1.2)
5,0 ml referentieoplossing zonder acetylacetonreagens (4.15).
En 15 ml gedemineraliseerd water.
- 6.2.3. Blanco oplossing :
Pipetteer in een 50 ml erlenmeyerkolf :
5,0 ml acetylaceton reagens (4.7).
25 ml gedemineraliseerd water.
Meng.
- 6.2.4. Bepaling.
- 6.2.4.1. De verkregen oplossingen in de erlenmeyerkolven van 6.2.1., 6.2.2 en 6.2.3 worden in een waterbad van 60° C gedurende precies 10 minuten ondergedompeld. Koel vervolgens in een ijsbad af gedurende 2 minuten.
- 6.2.4.2. Breng de vloeistoffen over in scheidrechters van 50 ml, waarin zich 10,0 ml 1-butanol bevindt. Spoel na met 3 tot 5 ml water. Schud de inhoud goed door dooreen gedurende precies 30 seconden. Laat de fasen vervolgens scheiden.
- 6.2.4.3. Filtreer met de « fase-scheiding-filter » (5.2) in de glascuvetten (5.5). Centrifuger (5 000 omwentelingen per minuut gedurende 5 minuten) is een andere mogelijkheid om de 1-butanol fase te scheiden.
- 6.2.4.4. Meet de absorptie bij 410 nm (A_s) van de verkregen monsteroplossing (6.2.1) tegen de verkregen referentieoplossing (6.2.2).
- 6.2.4.5. Meet de absorptie bij 410 nm (A') van de verkregen blancooplossing (6.2.3) tegen 1-butanol (4.3).
Opmerking : Deze spectrofotometrische metingen moeten worden verricht binnen 25 minuten nadat de erlenmeyerkolven in het warmwaterbad zijn gedompeld.
- 6.2.5. IJkkurve.
- 6.2.5.1. Pipetteer in een 50 ml erlenmeyerkolf :
5,00 ml van de referentieoplossing HCHO (4.13).
5,00 ml van de acetylacetonreagens (4.7).
20 ml gedemineraliseerd water.
- 6.2.5.2. Voer de bepaling uit zoals beschreven onder 6.2.4 en meet de absorptie bij 410 nm van de verkregen oplossing tegen 1-butanol (4.3).

6.2.5.3. Repéter le processus avec une solution étalon diluée (point 4.13).

Solution étalon diluée (4.13)		Réactif acétylacétone (4.7)		Eau aëminéralisée
10 ml	+	5 ml	+	15 ml
15 ml	+	5 ml	+	10 ml
20 ml	+	5 ml	+	5 ml
25 ml	+	5 ml		—

6.2.5.4. Pour obtenir la valeur du point 0 (correspondant à la coloration des réactifs) procéder comme au point 6.2.4.5.

6.2.5.5. Construire la courbe d'étalonnage après soustraction de la valeur du point 0 de chacune des densités optiques obtenues aux points en 6.2.5.1 et 6.2.5.3. La loi de Beer est respectée jusqu'à 30 µg de formaldéhyde.

6.3. Dosage au bisulfite.

6.3.1. Prise d'essai.

6.3.1.1. Pour l'essai : Dans un bécher taré peser à 0,001 g près, une masse d'échantillon (m gramme) correspondant à une quantité présumée de formaldéhyde comprise entre 3 et 20 mg.

6.3.1.2. Pour l'essai témoin : Dans un bécher taré peser à 0,001 g près, une quantité équivalente d'échantillon (m' gramme).

6.3.2. Dosage.

6.3.2.1. Placer 50,00 ml de Na₂SO₃ 0,1 M (point 4.5) dans un bécher de 100 ml et ajouter 10,00 ml de H₂SO₄ 0,1 N (point 4.8). Agiter.

6.3.2.2. Immerger le bécher dans un mélange de glace et sel afin de porter la température de la solution du point 6.3.2.1 à + 2 °C. Introduire quantitativement la prise d'essai m (point 6.3.1.1).

6.3.2.3. Titrer rapidement par potentiométrie avec NaOH 0,1 N (point 4.9) en agitant continuellement et en maintenant la température entre + 2 et + 4 °C (la zone de neutralisation se situe entre les pH 9 et 11). Soit V, le volume de NaOH 0,1 N (point 4.9) utilisé.

6.3.3. Essai à blanc : Titrer la solution du point 6.3.2.1. dans les conditions décrites au point 6.3.2. Soit V', le volume de NaOH 0,1 N (point 4.9) utilisé.

6.3.4. Essai témoin : Déterminer l'acidité ou l'alcalinité de l'échantillon par titrage potentiométrique avec NaOH 0,1 N (point 4.9) ou H₂SO₄ 0,1 N (point 4.8) sur la prise d'essai m' (point 6.3.1.2.). Soit v' le volume de NaOH 0,1 N ou de H₂SO₄ 0,1 N utilisé. v' peut être égal à 0.

6.3.5. N.B. : Il est important de respecter strictement les conditions opératoires. Il est possible d'effectuer le dosage en présence de thymolphthaleïne (point 4.14) comme indicateur.

7. Calculs :

7.1. Dosage colorimétrique à l'acétylacétone.

7.1.1. Soustraire A' de A, et lire sur la courbe d'étalonnage (point 6.2.5.5) la quantité C exprimée en microgrammes de formaldéhyde contenue dans la solution du point 6.2.1.1.

7.1.2. La formule en formaldéhyde de l'échantillon (% m/m) est calculée selon la formule :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{C}{10^4 \times m}$$

7.2. Dosage au bisulfite : Rapporter à la masse m le volume de NaOH 0,1 N et de H₂SO₄ 0,1 N utilisé dans l'essai témoin (point 6.3.4.) selon la formule :

$$V = \frac{v' \times m}{m'}$$

Pour des produits neutres V = 0.

7.2.1. Cas d'un produit acide :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{0,30 (V' - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. Cas d'un produit alcalin :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{0,30 (V' - V_1 - v)}{m}$$

6.2.5.3. Herhaal de bepaling met respectievelijk de volgende referentie-HCHO-oplossingen :

Referentie-HCHO-oplossing (4.13)		Acétylacéton-reagens (4.7)		Gedemineraliseerd water
10 ml	+	5 ml	+	15 ml
15 ml	+	5 ml	+	10 ml
20 ml	+	5 ml	+	5 ml
25 ml	+	5 ml		—

6.2.5.4. Gebruik voor de nulwaarde de meting van 6.2.4.5.

6.2.5.5. Trek de ijkcurve door de verkregen absorptiewaarden na correctie met de nulwaarde van 6.2.5.4. uit te zetten tegen de hoeveelheid HCHO in µg per 30 ml meetoplossing. De ijkcurve is tot 30 µg HCHO lineair.

6.3. Bepaling met bisulfiet (titrimetrisch).

6.3.1. Voorbereiding van het monster.

6.3.1.1. Voor de bepaling : Weeg in een getarreed bekersglas tot milligrammen nauwkeurig een hoeveelheid monster af (m gram), die overeenkomt met 3 tot 20 mg HCHO.

6.3.1.2. Voor de referentie-bepaling : Herhaal de inweeg als beschreven onder 6.3.1.1. (m' gram).

6.3.2. Bepaling.

6.3.2.1. Pipetteer 50,0 ml Na₂SO₃ 0,1 M (4.5) in een bekersglas van 100 ml en voeg 10,0 ml zwavelzuur 0,1 N (4.8) toe. Meng.

6.3.2.2. Plaats de beker in een mengsel van ijs en zout ten einde de temperatuur van de oplossing op 2 °C te houden. Voeg hierbij kwantitatief het ingewogen monster (6.3.1.1) bij. Meng.

6.3.2.3. Titreer potentiometrisch snel met NaOH 0,1 N (4.9) onder voortdurend roeren en houd de temperatuur gedurende de titratie tussen 2 en 4 °C. Het neutralisatiepunt ligt bij een pH tussen 9 en 11. De verbruikte hoeveelheid NaOH 0,1 N is V ml.

6.3.3. Blancwaarde : Herhaal de potentiometrische bepaling zoals beschreven onder 6.3.2, echter zonder toevoeging van het monster. De verbruikte hoeveelheid NaOH 0,1 N is hier V' ml.

6.3.4. Referentiewaarde : Herhaal de potentiometrische bepaling zoals beschreven onder 6.3.2, echter alleen met het ingewogen monster onder 6.3.1.2. Titreer hierbij met NaOH 0,1 N (4.9) of met H₂SO₄ 0,1 N (4.8). De verbruikte hoeveelheid NaOH of H₂SO₄ is hier v' ml. In vele gevallen is deze waarde 0.

6.3.5. Opmerking : De beschreven werkomstandigheden moeten nauwkeurig worden opgevolgd. Het is ook mogelijk om de titratie niet potentiometrisch uit te voeren, doch met behulp van thymolphthaleïne (4.14) als indicator.

7. Berekening :

7.1. Bepaling met acétylacéton (colorimetrisch).

7.1.1. Trek A' van A, af en lees uit de ijkcurve de hoeveelheid (C µg) af, aanwezig in 10 ml van de verdunde monsteroplossing onder 6.2.1.1.

7.1.2. Het gehalte in formaldéhyde van het staal (% m/m) is berekend volgens de formule :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{C}{10^4 \times m}$$

7.2. Bepaling met bisulfiet (titrimetrisch) : Reken de voor de neutralisatie van m' gram monster benodigde hoeveelheid zuur of base (v' ml; 6.3.4.) om tot de benodigde hoeveelheid (v ml) voor m gram (6.3.1.1) monster met behulp van de formule :

$$V = \frac{v' \times m}{m'}$$

Voor neutraal reagerende producten is v vanzelfsprekend nul. In het algemeen gelden voor zure of basische producten echter de volgende formules.

7.2.1. Voor zure producten :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{0,30 (V' - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. Voor basische producten :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{0,30 (V' - V_1 - v)}{m}$$

7.3. S'il y a divergence entre les résultats des 2 méthodes, seul le résultat le plus faible doit être pris en considération.

8. Répétabilité. (Selon la norme ISO 5725).

Pour une teneur en formaldéhyde de 0,2 %, la différence entre les résultats de 2 dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser : 0,005 % pour le dosage colorimétrique à l'acétylacétone et 0,05 % pour le dosage au bisulfite.

XI. Dosage de la résorcine dans les shampooings et les lotions capillaires

1. Objet et champ d'application : Cette méthode décrit le dosage de la résorcine dans les shampooings et lotions capillaires par chromatographie en phase gazeuse. Elle s'applique à des concentrations de 0,1 à 2,0 % de la masse du produit.

2. Définition : La teneur en résorcine déterminée selon cette méthode est exprimée en pourcentage de la masse de resorcinol.

3. Principe : La résorcine et le 3,5-dihydroxytoluène utilisé comme étalon interne, sont isolés de l'échantillon par chromatographie sur couche mince. On isole les deux composés par prélèvement du support et extraction avec du méthanol. Les résidus sont ensuite séchés, silylés et dosés par chromatographie en phase gazeuse.

4. Réactifs : Tous les réactifs doivent être de qualité analytique :

4.1. Acide chlorhydrique à 25 % (m/m).

4.2. Méthanol.

4.3. Ethanol à 96 % (v/v).

4.4. Placés de silice sur support plastique ou aluminium, avec indicateur fluorescent prêts à l'emploi et désactivés. Préparer comme suit : vaporiser d'eau les plaques de silice jusqu'à ce qu'elles deviennent brillantes. Les sécher à température ambiante pendant 1 à 3 heures.

N.B. : Si les plaques ne sont pas désactivées, il peut y avoir des pertes de résorcine par adsorption irréversible sur la silice.

4.5. Solvant de développement : acétone — chloroforme — acide acétique (20 + 75 + 5, v).

4.6. Solution étalon de résorcine : dissoudre 400 mg de résorcine dans 100 ml d'éthanol à 96 % (1 ml correspond à 4 000 µg de résorcine).

4.7. Solution étalon interne : Dissoudre 400 mg de 3,5-dihydroxytoluène (DHT) dans 100 ml d'éthanol à 96 % (1 ml correspond à 4 000 µg de DHT).

4.8. Mélange étalon : mélanger 10 ml de solution du point 4.6 et 10 ml de solution du point 4.7 dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'éthanol à 96 % et mélanger (1 ml correspond à 400 µg de résorcine et 400 µg de DHT).

4.9. Réactifs de silylation :

4.9.1. N, 0-bis (triméthylsilyl) trifluoroacétamide (BSTFA).

4.9.2. Hexaméthylsilazane (HMDS).

4.9.3. Triméthylchlorosilane (TMCS).

5. Appareillage :

5.1. Equipement courant de chromatographie sur couche mince et en phase gazeuse.

5.2. Verrerie de laboratoire.

6. Mode opératoire :

6.1. Préparation de l'échantillon.

6.1.1. Peser avec précision dans un bécher de 150 ml une prise d'essai du produit (m grammes) contenant environ 20 à 50 mg de résorcine.

6.1.2. Acidifier avec de l'acide chlorhydrique (point 4.1) (environ 2 à 4 ml). Ajouter 10 ml (40 mg de DHT) de solution interne (point 4.7) et mélanger. Transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml à l'aide d'éthanol. Compléter au volume avec de l'éthanol (point 4.3) et mélanger.

6.1.3. Déposer 250 µl de la solution du point 6.1.2 sur une plaque de silice désactivée (point 4.4) sur une ligne continue d'environ 8 cm de long. Prendre soin d'obtenir une bande aussi mince que possible.

6.1.4. Déposer de la même manière (point 6.1.3), sur la même plaque, 250 µl de mélange étalon (point 4.8).

7.3. Opmerking : Indien de *veerkregen cijfers* volgens de methode 7.1 en 7.2 verschillen, geldt het laagste cijfer voor de beoordeling.

8. Herhaalbaarheid. (Bepaald volgens ISO 5725).

Voor de monsters met een gehalte van ongeveer 0,2 % HCHO mag het verschil tussen de meetuitkomsten van twee bepalingen gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden en voor hetzelfde monster voor de colorimetrische methode met acetylaceton niet meer dan 0,005 % en voor de titrimetrische methode met bisulfiet niet meer dan 0,05 %.

XI. De bepaling van resorcinol in shampoo's en haarlotions

1. Doel en toepassingsbied : Deze methode beschrijft de bepaling van resorcinol in shampoo's en haarlotions door middel van gaschromatografie. De methode is geschikt voor concentraties van 0,1 tot 2,0 massaprocenten van het produkt.

2. Definitie : Het volgens dit voorschrift bepaalde resorcinolgehalte wordt uitgedrukt in massaprocenten (m/m) van de waar.

3. Beginsel : Resorcinol en een toegevoegde interne standaard (3,5-dihydroxytolueen) worden door middel van dunnelaagchromatografie uit het monster geïsoleerd. Na extractie uit het silicagel met methanol worden beide stoffen gedroogd, gesilyleerd en vervolgens gaschromatografisch bepaald.

4. Reagentia : Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn :

4.1. Zoutzuur 25 % (m/m).

4.2. Methanol.

4.3. Ethanol 96 % (v/v).

4.4. Kant-en-klare silicaplaten (met fluorescentie-indicator) worden op de volgende wijze gedesactiveerd : Besproei de platen met water tot ze er glazig uitzien. Droog de platen gedurende 1-3 uren bij kamertemperatuur.

Opmerking : Indien de silicaplaten niet gedesactiveerd zijn, is resorcinolverlies door irreversibele adsorptie niet uitgesloten.

4.5. Loopvloeistof : aceton-chloroform-azijnzuur (20 + 75 + 5, v).

4.6. Resorcinolstandaardoplossing : Los 400 mg resorcinol op in 100 ml ethanol 96 % (4.3) (1 ml \approx 4 000 µg resorcinol).

4.7. Interne standaardoplossing : Los 400 mg 3,5-dihydroxytolueen op in 100 ml ethanol 96 % (4.3) (1 ml = 4 000 µg 3,5-dihydroxytolueen).

4.8. Standaardmengsel : Meng 10 ml oplossing 4.6. in een maatkolf van 100 ml met 10 ml oplossing 4.7. Vul aan tot de streep met ethanol 96 %. Meng. (1 ml bevat 400 µg resorcinol en 400 µg 3,5-dihydroxytolueen).

4.9. Silyleermiddelen :

4.9.1. N, 0-bis (triméthylsilyl) trifluoroacétamide (BSTFA).

4.9.2. Hexaméthylsilazaan (HMDS).

4.9.3. Triméthylchlorosilazaan (TMCS).

5. Toestellen en hulpmiddelen :

5.1. Gebruikelijke uitrusting voor de dunnelaag- en gaschromatografie.

5.2. Laboratoriumglaswerk.

6. Werkwijze :

6.1. Voorbereiding van het monster.

6.1.1. Weeg in een bekersglas van 150 ml nauwkeurig af een hoeveelheid monster, dat circa 20-50 mg resorcinol bevat (m gram).

6.1.2. Zuur aan met circa 2-4 ml zoutzuur (4.1). Voeg toe 10 ml interne standaardoplossing (4.7) en meng. Breng met behulp van wat ethanol 96 % het mengsel kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml. Vul aan met ethanol 96 %. Meng.

6.1.3. Breng 250 µl van oplossing 6.1.2 op de dunnelaagplaat (4.4) op een denkbeeldige startlijn van circa 8 cm lang. Zorg ervoor dat de band zo smal mogelijk wordt.

6.1.4. Breng op dezelfde manier als in 6.1.3 250 µl van het standaardmengsel (4.8) op dezelfde plaat.

- 6.1.5. Sur la ligne de départ, déposer 2 spots de 5 µl de chaque solution des points 4.6 et 4.7 pour faciliter la localisation après le développement de la plaque.
- 6.1.6. Dans une cuve non saturée, développer la plaque avec le solvant de développement (point 4.5) jusqu'à ce qu'il ait parcouru 12 cm depuis la ligne de départ (45 mn). Sécher la plaque à l'air et localiser la zone résorcine/DHT sous lumière UV à 254 nm. Les deux composés ont environ la même valeur de R_f. Prélever les bandes ainsi repérées et rassembler l'adsorbant de chacune d'elle dans une fiole de 10 ml.
- 6.1.7. Extraire l'adsorbant contenant l'échantillon et celui contenant le mélange étalon de la manière suivante : Ajouter 2 ml de méthanol (point 4.2) et extraire pendant 1 heure en agitant de façon continue. Filtrer le mélange et répéter l'extraction pendant 15 mn avec 2 ml de méthanol (point 4.2).
- 6.1.8. Evaporer le solvant de la totalité des extraits en les plaçant une nuit dans un dessiccateur sous vide rempli d'un desséchant approprié. Ne pas évaporer à chaud.
- 6.1.9. Silyler les résidus (point 6.1.8) comme indiqué soit en 6.1.9.1 soit au point 6.1.9.2.
- 6.1.9.1. Ajouter 200 µl de BSTFA (point 4.9.1) et laisser le mélange dans un récipient bouché à température ambiante, pendant 12 h.
- 6.1.9.2. Ajouter successivement 200 µl de HMDS (point 4.9.2) et 100 µl de TMCS (point 4.9.3) et chauffer le mélange pendant 30 mn à 60 °C dans un récipient bouché. Refroidir.

6.2. Chromatographie en phase gazeuse.

- 6.2.1. Conditions opératoires : La phase stationnaire doit donner un degré de résolution égal ou supérieur à 1,5 :

$$R = 2 \frac{d'R_1 - d'R_2}{W_1 + W_2}$$

où :

R₁ et R₂ = temps de rétention exprimé en mn de 2 pics.

W₁ et W₂ = largeur des mêmes pics à mi-hauteur.

d' = vitesse de déroulement du papier en mm/mn.

Les conditions opératoires suivantes permettent d'obtenir ce résultat :

Colonne : acier inoxydable.

Longueur : 200 cm.

Diamètre : ~ 3 mm (1/8").

Remplissage : 10 % OV 17 sur chromosorb WAW 100-120 mesh.

Détecteur ionisation de flamme :

Températures :

Colonne : 185 °C (isotherme).

Injecteur : 250 °C.

Détecteur : 250 °C.

Gaz vecteur : Azote, débit 45 ml/mn.

Pour le réglage du débit d'hydrogène et d'air suivre les instructions du fabricant.

- 6.2.2. Injecter 1 à 3 µl des solutions obtenues au point 6.1.9. Faire 5 injections pour chaque solution. Mesurer la surface des pics de façon précise et calculer le rapport des surfaces (S = surface du pic de résorcine/surface du pic du DHT).

7. Calcul :

La concentration en résorcine de l'échantillon exprimée en pourcentage de masse (% m/m) est donné par :

$$\% \text{ résorcine} = \frac{4}{M} \times \frac{S \text{ échantillon}}{S \text{ mélange étalon}}$$

où :

M = prise d'essai en grammes (point 6.1.1.).

S échantillon = rapport moyen obtenu pour les pics de la solution échantillon.

S mélange étalon = rapport moyen obtenu pour les pics du mélange étalon d'après le point 6.2.2.

- 6.1.5. Breat op dezelfde startlijn nog 2 punten van 5 µl van de oplossingen 4.6. en 4.7. Dit is bedoeld als hulp bij de lokalisatie van het resorcinol en 3,5-dihydroxytolueen op de dunnelaagplaat.

- 6.1.6. Ontwikkel de plaat in een onverzadigde chromatografietank met de loopvloeistof (4.5) over een loopafstand van circa 12 cm. De duur is circa 45 minuten. Droog de plaat aan de lucht en lokaliseer onder kortgolvig UV licht (254 nm). Resorcinol en 3,5-dihydroxytolueen vallen ongeveer samen. Markeer de banden met potlood op circa 2 cm afstand van de buitenrand van de donkere banden. Schraap de gemarkeerde zones af en verzamel de silicagel kwantitatief in flesjes van 10 ml.

- 6.1.7. Extraheer zowel de silicagel van het monster en die van de standaard met elk 2 ml methanol (2.4) onder voortdurend roeren gedurende 1 uur. Filtreer. Herhaal de extractie met 2 ml methanol gedurende 15 minuten. Filtreer.

- 6.1.8. Laat het oplosmiddel van de verzamelde extracten verdampen door deze oplosmiddelen gedurende een nacht onder vacuüm in een exsiccator te plaatsen, welke gevuld is met een geschikt droogmiddel. Verwarm op geen enkele wijze.

- 6.1.9. Silyleer de droogresten zoals beschreven onder 6.1.9.1 of 6.1.9.2.

- 6.1.9.1. Voeg 200 µl BSTFA (4.9.1) met een micro-injectiespuit toe en laat het mengsel in een afgesloten glazen flesje 12 uren bij kamertemperatuur staan.

- 6.1.9.2. Voeg achtereenvolgens met een micro-injectiespuit toe : 200 µl HMDS (4.9.2) en 100 µl TMCS (4.9.3). Verwarm het mengsel in een afgesloten flesje gedurende 30 minuten bij 60 °C. Koel.

6.2. Gaschromatografie.

- 6.2.1. Kolomvulling OV-17 op Chromosorb WAW 100-120 mesh. De resolutiegraad (R) van deze stationaire fase moet ten minste 1,5 bedragen, waarbij :

$$R = 2 \frac{d'R_1 - d'R_2}{W_1 + W_2}$$

waarbij :

R₁ en R₂ = de retentietijden in minuten van de gesilyleerde verbindingen van resorcinol en 3,5-dihydroxytolueen.

W₁ en W₂ = de respectievelijke piekbreedte op halve hoogte.

d' = papiersnelheid in mm per minuut.

De volgende gaschromatografische condities geven bij voorbeeld de gewenste resultaten :

Kolom materiaal : roestvrij staal.

Lengte : 200 cm.

Diameter : ~ 3 mm (1/8").

Stationaire fase : 10 % OV-17 op Chromosorb WAW 100-120 mesh.

Vlamionisatiedetector :

Temperatuur :

Kolom : 185 °C isotherm.

Injecteur : 250 °C.

Detector : 250 °C.

Draaggas : Stikstof, debiet 45 ml/min.

Hulpgasen : Debiet van waterstof en lucht, volgens de aanwijzingen van de fabrikant.

- 6.2.2. Injecteer 1 tot 3 µl van elk der verkregen gesilyleerde oplossingen. Voer 5 injecties uit voor elke oplossing (6.1.9). Meet de verkregen piekoppervlakken en bereken het gemiddelde van de verhouding van de piekoppervlakken van resorcinol/3,5-dihydroxytolueen (S).

7. Berekening :

De concentratie van het resorcinol in het produkt wordt berekend met de volgende formule :

$$\% \text{ resorcinol} = \frac{4}{M} \times \frac{S \text{ monster}}{S \text{ standaard mengsel}}$$

waarbij :

M = inweeg van het monster (6.1.1.).

S monster = gemiddelde piekoppervlakken-verhouding van het monster (resorcinol/3,5-dihydroxytolueen) (6.2.2.).

S standaard = gemiddelde piekoppervlakken-verhouding van het standaardmengsel (resorcinol/3,5-dihydroxytolueen) (6.2.2.).

8. Répétabilité (Selon la norme ISO 5725) : Pour une teneur en résorcine de 0,5 % la différence entre les résultats de 2 dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,025 %.

*XII. Dosage du méthanol
par rapport à l'éthanol ou au propanol-2*

1. Objet et champ d'application : Cette méthode décrit le dosage du méthanol par chromatographie en phase gazeuse dans tous les types de produits cosmétiques (y compris aérosols). Elle s'applique à ces concentrations relatives de 0 à 10 %.

2. Définition : La teneur en méthanol déterminée selon cette méthode est exprimée en pourcentage de masse de méthanol par rapport à la masse d'éthanol ou de propanol-2.

3. Principe : Le dosage est effectué par chromatographie en phase gazeuse.

4. Réactifs : Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

4.1. Méthanol.

4.2. Ethanol absolu.

4.3. Propanol-2.

4.4. Chloroforme, rincé à l'eau pour éliminer les alcools.

5. Appareillage :

5.1. Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur catharométrique (pour les échantillons de produits en aérosols). Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme (pour les échantillons d'autres produits).

5.2. Fioles jaugées de 100 ml.

5.3. Pipettes jaugées (2 ml, 20 ml, 0-1 ml).

5.4. Microseringues de 0 à 100 µl et 0 à 5 µl. Pour les échantillons de produits en aérosols seulement, seringue à gaz spéciale avec vanne coulissante (figure 5 de la méthode d'échantillonnage) *Moniteur belge* du 17 février 1982, p. 1662.

6. Mode opératoire :

6.1. Préparation des échantillons.

6.1.1. Les produits en aérosols sont traités comme indiqué à l'annexe sous B, chapitre 1 de l'arrêté royal du 26 novembre 1981 *Moniteur belge* du 17 février 1982, p. 1662, puis analysés par chromatographie en phase gazeuse dans les conditions prescrites au point 6.2.1.

6.1.2. Les autres produits traités comme indiqués au chapitre II précité sont dilués dans l'eau jusqu'à une concentration de 1 à 2 % d'éthanol ou de propanol-2, puis analysés par chromatographie en phase gazeuse dans les conditions prescrites au point 6.2.2.

6.2. Conditions de la chromatographie en phase gazeuse.

6.2.1. Pour les échantillons de produits en aérosols.

6.2.1.1. On utilisera une colonne remplie avec 10 % d'Hallcomid M 18 sur Chromosorb W AW 100-120 mesh et un détecteur catharométrique.

6.2.1.2. La phase stationnaire doit donner un degré de résolution égal ou supérieur à 1,5 :

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

où :

R_1 et R_2 = temps de rétention exprimé en mn de 2 pics.

W_1 et W_2 = largeur des mêmes pics à mi-hauteur.

d' = vitesse de déroulement du papier en mm/mn.

8. Herhaalbaarheid (bepaald volgens ISO 5725) : Voor monsters met een resorcinolgehalte van 0,5 % (m/m) mag het verschil tussen de meetuitkomsten van twee bepalingen gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden en voor hetzelfde monster niet meer dan 0,025 % bedragen.

*XII. De bepaling van methanol
in verhouding tot ethanol of 2-propanol*

1. Doel en toepassingsgebied : Deze methode beschrijft de gaschromatografische bepaling van methanol in verhouding tot ethanol of 2-propanol in cosmetische produkten, aerosolen inbegrepen. De methode is geschikt voor relatieve gehalten van 0 tot 10 %.

2. Definitie : Het gehalte aan methanol bepaalt volgens deze methode wordt uitgedrukt in massaprocenten (m/m) methanol in verhouding tot de aanwezige ethanol of 2-propanol.

3. Beginsel : De bepaling gebeurt met de behulp van gaschromatografie.

4. Reagentia : Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

4.1. Methanol.

4.2. Ethanol absoluut.

4.3. 2-Propanol.

4.4. Chloroform, gewassen ter verwijdering van alcoholen.

5. Toestellen en hulpmiddelen :

5.1. Gaschromatograaf met katharometerdetector voor de aerosolmonsters. Gaschromatograaf met vlamionisatiedetector voor de andere monsters.

5.2. Maatkolven 100 ml.

5.3. Pipetten 2 ml, 20 ml en 0 tot 1,0 ml.

5.4. Injectiespuit 0 tot 100 µl en 0 tot 5 µl. Voor aerosolmonsters : speciale gasdichte injectiespuit (zie Bemonsteringsdocument figuur 5) *Belgisch Staatsblad* van 17 februari 1982, blz. 1652.

6. Werkwijze :

6.1. Voorbereiding van het monster.

6.1.1. Aerosolprodukten worden behandeld zoals aangeduid in de bijlage onder B, hoofdstuk I van het koninklijk besluit van 26 november 1981, *Belgisch Staatsblad* van 17 februari 1982, blz. 1652, waarna zij gaschromatografisch worden geanalyseerd volgens de condities beschreven in 6.2.1.

6.1.2. De andere produkten, behandeld zoals voorgeschreven in hoofdstuk II voormeld, worden met water verdund tot het ethanol of het 2-propanolgehalte 1 tot 2 % bedraagt. De verdunde oplossing wordt dan gaschromatografisch geanalyseerd volgens de condities beschreven in 6.2.2.

6.2. Gaschromatografie.

6.2.1. Aerosolmonsters. Gebruik de gaschromatograaf met katharometer-detector.

6.2.1.1. Kolomvulling 10 % Hallcomid M 18 op Chromosorb WAW 100-120 mesh.

6.2.1.2. Deze stationaire fase (6.2.1.1) moet een resolutiegraad (R) van ten minste 1,5 kunnen geven :

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

waarbij :

R_1 en R_2 zijn retentietijden van de stoffen in minuten.

W_1 en W_2 zijn de piekbreedten op halve hoogten in mm.

d' is de papersnelheid in mm/min.

6.2.1.3. Les conditions suivantes permettent d'obtenir ces résultats :

Type de la colonne : acier inoxydable.
 Longueur : 3,5 m.
 Diamètre : 3 mm.
 Courant du détecteur catharométrique : 150 mA.
 Gaz vecteur :
 Hélium, pression : 2,5 bar.
 Débit : 45 ml/mn.
 Températures :
 Colonne : 65 °C.
 Injecteur : 150 °C.
 Détecteur : 150 °C.

6.2.2. Pour les échantillons d'autres produits :

6.2.2.1. On utilisera une colonne remplie de chromosorb 105 ou de porapak QS et un détecteur à ionisation de flamme.

6.2.2.2. La phase stationnaire doit donner un degré de résolution égal ou supérieur à 1,5 :

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

où :

R₁ et R₂ = temps de rétention exprimé en mn de 2 pics.W₁ et W₂ = largeur des mêmes pics à mi-hauteur.

d' = vitesse de déroulement du papier en mm/mn.

6.2.2.3. Les conditions suivantes permettent d'obtenir ces résultats :

Type de la colonne : acier inoxydable.
 Longueur : 2 m.
 Diamètre : 3 mm.
 Electromètre : sensibilité de 8×10^{-10} A.
 Gaz vecteur : azote-pression : 2,1 bars, débit : 40 ml/mn.
 Auxillaire : hydrogène-pression : 1,5 bar débit : 20 ml/mn.
 Températures :
 Colonne : 120 °C ou 130 °C.
 Injecteur : 150 °C.
 Détecteur : 230 °C.

7. Courbes étalons :

7.1. Dans les conditions prescrites au point 6.2.1 (colonne Halocrom M 18), utiliser les mélanges étalons définis ci-après, préparer ces mélanges par mesure volumétrique, mais déterminer la quantité exacte délivrée en pesant immédiatement après chaque addition.

Concentration relative % m/m	Méthanol ml	Ethanol ml (ou propanol-2)	Chloroforme jusqu'à un volume de
2,5 % environ	0,5	20	100 ml
5,0 % environ	1,0	20	100 ml
7,5 % environ	1,5	20	100 ml
10,0 % environ	2,0	20	100 ml

Injecter 2 à 3 µl dans le chromatographe selon les modalités prescrites au point 6.2.1.

Calculer le rapport des surfaces des pics (méthanol/éthanol) ou (méthanol/propanol-2) de chaque mélange. Tracer la courbe étalon en utilisant :

Comme axe des X : le pourcentage de méthanol par rapport à l'éthanol ou au propanol-2.

Comme axe des Y : le rapport des surfaces des pics (méthanol/éthanol) ou (méthanol/propanol-2).

6.2.1.3. De volgende condities leiden bij voorbeeld tot de gewenste resultaten :

Kolom materiaal : roestvrij staal.
 Lengte : 350 cm.
 Diameter : 3 mm.
 Brugstroomkatharometerdector : 150 mA.
 Draaggas :
 Helium begindruk : 2,5 bar.
 Debiet : 45 ml/min.
 Temperatuur :
 Kolom : 65 °C.
 Injector : 150 °C.
 Détecteur : 150 °C.

6.2.2. Niet-aerosolmonster : Gebruik de gaschromatograaf met vlamionisatie-detector.

6.2.2.1 Kolomvulling : Chromosorb 105 of Porapak QS.

6.2.2.2. Deze stationaire fase (6.2.2.1) moet een resolutiegraad (R) van ten minste 1,5 kunnen geven :

$$R = 2 \frac{d'R_2 - d'R_1}{W_1 + W_2}$$

waarbij :

R₁ en R₂ zijn retentietijden van de stoffen in minuten.W₁ en W₂ zijn de piekbreedten op halve hoogten in mm.

d' is de papiersnelheid in mm/min.

6.2.2.3. De volgende condities leiden bij voorbeeld tot de gewenste resultaten :

Kolom materiaal : roestvrij staal.
 Lengte : 200 cm.
 Diameter : 3 mm.
 Elektrometergevoeligheid 8×10^{-10} A.
 Draaggas : stikstof, debiet : 40 ml/min, begindruk : 1,5 bar.
 Hulpgas : waterstof, debiet : 20 ml/min, begindruk : 1,5 bar.
 Temperatuur :
 Kolom : 120 °C ou 130 °C.
 Injector : 150 °C.
 Detector : 230 °C.

7. Ijklijn :

7.1. Aerosolmonsters. Maak de volgende reeks standaardmengsels door de vloeistoffen af te meten (met een pipet), gevolgd door nauwkeurige weging na elke toevoeging van methanol, ethanol of 2-propanol.

Concentratie relatief % m/m	Methanol ml	Ethanol of 2-propanol ml	Aanvullen met chloroform tot een volume van
2,5 % circa	0,5	20	100 ml
5,0 % circa	1,0	20	100 ml
7,5 % circa	1,5	20	100 ml
10,0 % circa	2,0	20	100 ml

Gebruik de gaschromatografische condities van 6.2.1. Injecteer 2 tot 3 µl van elk der standaardmengsels.

Bereken de piekoppervlak-verhouding methanol/ethanol of methanol/2-propanol. Teken dan de ijkcurve :

X-as : Gewichtsprocenten relatief van methanol/ethanol of methanol/2-propanol.

Y-as : Piekoppervlak-verhouding methanol/ethanol of methanol/2-propanol.

7.2. Dans les conditions prescrites au point 6.2.2. (Prorapak QS ou Chromosorb 105) utiliser les mélanges étalons définis ci-après. Préparer ces mélanges par mesure volumétriques, mais déterminer la quantité exacte délivrée en pesant immédiatement après chaque addition.

Concentration relative % m/m	Méthanol µl	Ethanol ml (ou propanol-2)	Eau jusqu'à un volume de
2,5 % environ	50	2	100 ml
5,0 % environ	100	2	100 ml
7,5 % environ	150	2	100 ml
10,0 % environ	200	2	100 ml

Injecter 2 à 3 µl dans le chromatographe selon les modalités prescrites au point 6.2.2.

Calculer le rapport des surfaces des pics (méthanol/éthanol) ou (méthanol/propanol-2) de chaque mélange. Tracer la courbe étalon en utilisant :

Comme axe des X : le pourcentage de méthanol par rapport à l'éthanol ou au propanol-2.

Comme axe des Y : le rapport des surfaces des pics (méthanol/éthanol) ou (méthanol/propanol-2).

7.3. Dans les 2 cas (7.1. et 7.2) la courbe d'étalonnage doit être une droite.

8. Répétabilité (selon la norme ISO 5725).

Pour des teneurs en méthanol de 5 % par rapport à l'éthanol ou au propanol-2, la différence entre les résultats de 2 dosages parallèles effectués sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,25 %.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 19 février 1985.

BAUDOUIN

Par le Roi :

Le Ministre des Affaires sociales,

J.-L. DEHAENE

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique et l'Environnement,

F. AERTS

F. 85 — 893 (84 — 1277)

27 AVRIL 1984. — Arrêté royal
relatif à la qualité de l'eau distribuée par réseau. — Errata

Dans le *Moniteur belge* n° 130 du 6 juillet 1984 il convient d'apporter les corrections ci-après :

Page 9860 — texte néerlandais, à l'art. 2, 1^o, 1^{re} ligne, remplacer « ander » par « meerdere » et à l'art. 2, 3^o, 1^{re} ligne, remplacer « enig » par « enige »; à l'art. 3, § 1, remplacer « toevoegsels alsmede de maximumwaarden ervan » par « technische hulpstoffen en andere toevoegsels »; à l'art. 3, § 3, remplacer « toevoegsels » par « technische hulpstoffen en andere toevoegsels ».

Page 9860 — texte français, art. 2, 2^o, 2^e ligne, lire « les concentrations maximales admissibles » au lieu de « les concentrations admissibles ».

Page 9861 — texte néerlandais, art. 5, 4^e ligne, lire « hij » au lieu de « het ».

Page 9861 — texte français, art. 6, 1^{re} ligne, lire « public » au lieu de « publique ».

Art. 6, 2^o, avant-dernière ligne, lire « à des fins alimentaires » au lieu de « à des alimentaires ».

Art. 6, 3^o, avant-dernière ligne, lire « immédiatement » au lieu de « imédiatement »; art. 8, 2^e ligne, lire « articles 14 et 15 », au lieu de « articles 14 en 15 ».

7.2. Niet-aerosolmonsters. Maak de volgende reeks standaardmengsels door de vloeistoffen af te meten (met een pipet), gevolgd door een nauwkeurige weging na elke toevoeging van methanol, ethanol of 2-propanol.

Concentratie relatief % m/m	Methanol µl	Ethanol of 2-propanol ml	Aanvullen met water tot een volume van
2,5 % circa	50	2	100 ml
5,0 % circa	100	2	100 ml
7,5 % circa	150	2	100 ml
10,0 % circa	200	2	100 ml

Gebruik de gaschromatografische condities van 6.2.2. Injecteer 2 tot 3 µl van elk der standaardmengsels.

Bereken de piekoppervlak-verhouding methanol/ethanol of methanol/2-propanol. Teken dan de ijkcurve :

X-as : Gewichtsprocenten relatief van methanol/ethanol of methanol/2-propanol.

Y-as : Piekoppervlak-verhouding methanol/ethanol of methanol/2-propanol.

7.3. In beide gevallen (7.1 en 7.2) moet de ijklijn een rechte zijn.

8. Herhaalbaarheid (bepaald volgens ISO 5725).

Voor monsters met een gehalte van 5 % (m/m) methanol in verhouding tot ethanol of 2-propanol mag het verschil tussen de meetuitkomsten van twee bepalingen gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden en voor hetzelfde monster niet meer dan 0,25 % bedragen.

Gezien om gevoegd te worden bij Ons besluit van 19 februari 1985.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :

De Minister van Sociale Zaken,

J.-L. DEHAENE

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,

F. AERTS

N. 85 — 893 (84 — 1277)

27 APRIL 1984. — Koninklijk besluit
betreffende de kwaliteit van het leidingwater. — Errata

In het *Belgisch Staatsblad* nr. 130 van 6 juli 1984 dienen volgende verbeteringen te worden aangebracht :

Blz. 9860 — Nederlandse tekst, in art. 2, 1^o, eerste regel, wordt « ander » vervangen door « meerdere », en in art. 2, 3^o, eerste regel, wordt « enig » vervangen door « enige »; in art. 3, § 1, wordt « toevoegsels alsmede de maximumwaarden ervan » vervangen door « technische hulpstoffen en andere toevoegsels »; in art. 3, § 3, wordt « toevoegsels » vervangen door « technische hulpstoffen en andere toevoegsels ».

Blz. 9860 — Franse tekst, art. 2, 2^o, tweede regel, leze men « les concentrations maximales admissibles », in plaats van « les concentrations admissibles ».

Blz. 9861 — Nederlandse tekst, art. 5, vierde regel, leze men « hij » in plaats van « het ».

Blz. 9861 — Franse tekst, art. 6, eerste regel, leze men « public » in plaats van « publique ».

Art. 6, 2^o, voorlaatste regel, leze men « à des fins alimentaires » in plaats van « à des alimentaires ».

Art. 6, 3^o, voorlaatste regel, leze men « immédiatement » in plaats van « imédiatement »; art. 8, tweede regel, leze men « articles 14 et 15 » in plaats van « articles 14 en 15 ».

Page 9862 — texte néerlandais, annexe I, A, 1, 2e colonne, lire « Pt/Co » au lieu de « Pt/co » et dans la 3e colonne, 1re ligne, supprimer « (MTC) ».

Page 9863 — texte néerlandais, annexe I, C, 29, 3e colonne, lire « niet met chloor » au lieu de « niet chloor ».

Annexe I, C, 38, 2e colonne lire, « µg/l F » au lieu de « µg/l ».

Annexe I, D, 45, 1re colonne, lire « Beryllium » au lieu de « Berrylium ».

Annexe I, D, 47, 2e colonne, lire « µg/l CN » au lieu de « µg/l Cn ».

Page 9864 — texte néerlandais, annexe I, E, supprimer « (6) »; annexe I, E, 57, 1re colonne, ajouter « (6) »; annexe I, F, lire « minimaal » au lieu de « mineraal »; annexe I, F, 1re colonne, lire « totale hardheid » au lieu de « total hardheid » et « alkaliniteit » au lieu de « alkaliteit »; annexe I, F, 3e colonne, remplacer « maximaal » par « minimaal ».

Page 9864 — texte français, annexe I, A, 1, 2e colonne, lire « Pt/Co » au lieu de « Pt/co ».

Page 9865 — texte français, annexe I, B, 5, lire « température » au lieu de « températeure »; annexe I, B, 6, 3e colonne, lire « CaCO₃ » au lieu de « CaC₃O₃ »; annexe I, B, 7, 2e colonne, remplacer « bij » par « à »; annexe I, B, 8, 1re colonne, lire « chlorures » au lieu de « chlorure »; annexe I, B, 16, 3e colonne, lire « équivalents » au lieu de « équivalent »; annexe I, B, 19, 1re colonne, lire « anhydride carbonique libre » au lieu de « anhydride carbonique »; annexe I, C, 25, 3e colonne, lire « concentrations » au lieu de « concentration »; annexe I, C, 28, 1re colonne, lire « huiles » au lieu de « huilles ».

Page 9866 — texte français, annexe I, C, 32, 1re colonne, lire « pas » au lieu de « par »; annexe I, C, 38, 2e colonne, lire « µg/l F » au lieu de « µg/l »; annexe I, D, 45, 2e colonne, lire « µg/l Be » au lieu de « g/l Be »; annexe I, D, 47, 2e colonne, lire « CN » au lieu de « Cn »; annexe I, D, 55, 1re colonne, 4e ligne, remplacer : « entant » par « entend » et à la 10e ligne, remplacer « en » par « et »; annexe I, D, renvoi (5), 2e ligne, supprimer « D » devant « Si » et dernière ligne, remplacer « G/l » par « g/l ».

Page 9867 — texte français, annexe I, E, renvoi (6), lire « échantillons » au lieu de « échantillon ».

Page 9867 — texte néerlandais, annexe II, tableau A, 3e colonne, ajouter (7) après « reuk » et après « smaak ».

Page 9868 — texte néerlandais, annexe II, tableau A, dernière colonne, ajouter le signe + entre « andere paramaters volgens voetnota (9) » et « sulfietreducerende clostridia »; annexe II, tableau A, 3e colonne, lire « ammonium » au lieu de « ammomium »; annexe II, tableau A, renvoi (9), supprimer le texte entier à partir de « microbiologische parameters » jusqu'au tableau B.

Annexe II, tableau B, 1ère colonne, lire « hoeveelheid geproduceerd en gedistribueerd water m³/dag » au lieu de « hoeveelheid geproduceerd en gedistilleerd water/dag »; annexe II, tableau B, 5e colonne, ajouter dans l'entête « Aantal monsternemingen/jaar »;

Page 9869 — texte français, annexe II, tableau A, 5e colonne, avant dernière ligne, lire « qualité de l'eau » au lieu de « qualité l'eau »; annexe II, tableau A, 3e colonne, ajouter « (7) » après « odeur » et après « saveur »; annexe II, tableau A, 4e colonne, lire « selon » au lieu de « selont »; ajouter le signe + entre « autres paramètres selon renvoi (9) » et « clostridiums sulfitoréducteurs »; annexe II, tableau A, 3e colonne, lire « dénombremments » au lieu de « dénombrement »; annexe II, tableau B, renvoi (10), b, lire « désinfectant » au lieu de « désinfestant ».

Page 9870 — texte néerlandais, annexe III, B, 10 et C, 20, 21 lire « Absorptiespectrofotometrie » au lieu de « Absorptiespectofotometrie »; annexe III, B, 17, lire « droogdampen » au lieu de « droopdampen »; annexe III, C, 29, lire « aminoantipyrine » au lieu de « aminoantypyrine »; annexe III, C, 40, lire « 0,45 µm of centrifugeren » au lieu de « 0,45 µm centrifugeren ».

Page 9871 — texte néerlandais, annexe III, D, 56, lire « fluorescentie » en « mengsel » au lieu de « fuorescentie » et « mengesel »; annexe III, E, 60, 2e ligne, lire « de omgekeerde » au lieu de « het omgekeerde »; 3e ligne, lire « clostridial » et « kolonies » au lieu de « clorstridial » et « buisjes »; annexe III, E, 61, lire « door filteren » au lieu de « voor filteren ».

Page 9872 — texte français, annexe III, C, lire « substances » au lieu de « bustances »; annexe III, C, 24, lire « minutes » au lieu de « minites »; annexe III, C, 29, lire « Phenols » au lieu de « Phénole »; annexe III, C, 40, lire « centrifugation » au lieu de « confrifugation »; annexe III, D, ajouter « toxiques » entre « concentrations » et « de ».

Page 9873 — texte français, annexe III, D, 55, remplacer le mot « aromatiques » par le mot « apparentes »; annexe III, D, 56, lire « substances » au lieu de « substences »; annexe III, D, 60, lire « halo noir » au lieu de « halonoir ».

Blz. 9862 — Nederlandse tekst, bijlage I, A, 1, tweede kolom, leze men « Pt/Co » in plaats van « Pt/co » en in de 3e kolom, 1e regel, schrapt men « (MTC) ».

Blz. 9863 — Nederlandse tekst, bijlage I, C, 29, derde kolom, leze men « niet met chloor » in plaats van « niet chloor ».

Bijlage I, C, 38, tweede kolom, leze men « µg/l F » in plaats van « µg/l ».

Bijlage I, D, 45, eerste kolom, leze men « Beryllium » in plaats van « Berrylium ».

Bijlage I, D, 47, tweede kolom, leze men « µg/l CN » in plaats van « µg/l Cn ».

Blz. 9864 — Nederlandse tekst, bijlage I, E, « (6) » vervalt; bijlage I, E, 57, eerste kolom « (6) » wordt toegevoegd; bijlage I, F, leze men « minimaal » in plaats van « mineraal »; bijlage I, F, eerste kolom, leze men « totale hardheid » in plaats van « total hardheid » en « alkaliniteit » in de plaats « alkaliteit »; bijlage I, F, derde kolom, wordt « maximaal » vervangen door « minimaal ».

Blz. 9864 — Franse tekst, bijlage I, A, 1, tweede kolom, leze men « Pt/Co » in plaats van « Pt/co ».

Blz. 9865 — Franse tekst, bijlage I, B, 5, leze men « température » in plaats van « températeure »; bijlage I, B, 6, derde kolom, leze men « CaCO₃ » in plaats van « CaC₃O₃ »; bijlage I, B, 7, tweede kolom, wordt « bij » vervangen door « à »; bijlage I, B, 8, eerste kolom, leze men « chlorures » in plaats van « chlorure »; bijlage I, B, 16, derde kolom, leze men « équivalents » in plaats van « équivalent »; bijlage I, B, 19, eerste kolom, leze men « anhydride carbonique libre » in plaats van « anhydride carbonique »; bijlage I, C, 25, derde kolom, leze men « concentrations » in plaats van « concentration »; bijlage I, C, 28, eerste kolom, leze men « huiles » in plaats van « huilles ».

Blz. 9866 — Franse tekst, bijlage I, C, 32, eerste kolom, leze men « pas » in plaats van « par »; bijlage I, C, 38, tweede kolom, leze men « µg/l F » in plaats van « µg/l »; bijlage I, D, 45, tweede kolom, leze men « µg/l Be » in plaats van « g/l Be »; bijlage I, D, 47, tweede kolom, leze men « CN » in plaats van « Cn »; bijlage I, D, 55, eerste kolom, vierde regel, wordt « entant » vervangen door « entend » en in de tiende regel, wordt « en » vervangen door « et »; bijlage I, D, voetnoot (5), tweede regel, wordt voor « Si » « D » weggelaten en wordt in de laatste regel « G/l » vervangen door « g/l ».

Blz. 9867 — Franse tekst, bijlage I, E, voetnoot (6), leze men « échantillons » in plaats van « échantillon ».

Blz. 9867 — Nederlandse tekst, bijlage II, tabel A, derde kolom, na « reuk » en « smaak » wordt telkens (7) toegevoegd.

Blz. 9868 — Nederlandse tekst, bijlage II, tabel A, laatste kolom, een + teken moet gevoegd tussen « andere paramaters volgens voetnota (9) » en « sulfietreducerende clostridia »; bijlage II, tabel A, derde kolom, leze men « ammonium » in plaats van « ammomium »; bijlage II, tabel A, voetnoot (9), vanaf « microbiologische parameters » tot tabel B wordt alles geschrapt;

Bijlage II, tabel B, eerste kolom, leze men « hoeveelheid geproduceerd en gedistribueerd water m³/dag » in plaats van « hoeveelheid geproduceerd en gedistilleerd water/dag »; bijlage II, tabel B, vijfde kolom, wordt in de hoofding ingelast « Aantal monsternemingen/jaar »;

Blz. 9869 — Franse tekst, bijlage II, tabel A, vijfde kolom, voorlaatste regel, leze men, « qualité de l'eau » in plaats van « qualite l'eau »; bijlage II, tabel A, derde kolom, na « odeur » en « saveur » wordt telkens (7) toegevoegd; bijlage II, tabel A, vierde kolom, leze men « selon » in plaats van « selont »; een + teken wordt gevoegd tussen « autres paramètres selon renvoi (9) » en « clostridiums sulfitoréducteurs »; bijlage II, tabel A, derde kolom, leze men « dénombremments » in plaats van « dénombrement »; bijlage II, tabel B, voetnoot (10), b, leze men « désinfectant » in plaats van « désinfestant ».

Blz. 9870 — Nederlandse tekst, bijlage III, B, 10 en C, 20, 21, leze men « Absorptiespectrofotometrie » in plaats van « Absorptiespectofotometrie »; bijlage III, B, 17, leze men « droogdampen » in plaats van « droopdampen »; bijlage III, C, 29, leze men « aminoantipyrine » in plaats van « aminoantypyrine »; bijlage III, C, 40, leze men « 0,45 µm of centrifugeren » in plaats van « 0,45 µm centrifugeren ».

Blz. 9871 — Nederlandse tekst, bijlage III, D, 56, leze men « fluorescentie » en « mengsel » in plaats van « fuorescentie » en « mengesel »; bijlage III, E, 60, tweede regel, leze men « de omgekeerde » in plaats van « het omgekeerde »; derde regel, leze men « clostridial » en « kolonies » in plaats van « clorstridial » en « buisjes »; bijlage III, E, 61, leze men « door filteren » in plaats van « voor filteren ».

Blz. 9872 — Franse tekst, bijlage III, C, leze men « substances » in plaats van « bustances »; bijlage III, C, 24, leze men « minutes » in plaats van « minites »; bijlage III, C, 29, leze men « Phenols » in plaats van « Phénole »; bijlage III, C, 40, leze men « centrifugation » in plaats van « confrifugation »; bijlage III, D, wordt het woord « toxiques » gevoegd tussen « concentration » en « de ».

Blz. 9873 — Franse tekst, bijlage III, D, 55, het woord « aromatiques » wordt vervangen door « apparentes »; bijlage III, D, 56, leze men « substances » in plaats van « substences »; bijlage III, D, 60, leze men « halo noir » in plaats van « halonoir ».

Page 9874 — texte néerlandais, annexe IV, 2, lire « coagulation-floculation » au lieu de « coagulation-florulation »; annexe IV, 3, 3e colonne, pour le quatrième chiffre, lire « 150 » au lieu de « 130 ».

Page 9875 — texte néerlandais, annexe IV, 4, remplacer « hulps-tukken » par « hulpstoffen ».

Page 9875 — texte français, annexe IV, remplacer « auxiliaires technologiques » par « additifs ».

Page 9875 — texte français, annexe IV, 1, 1re colonne, remplacer le mot « reagens » par « réactif »; annexe IV, 1, 1re colonne, lire « Bisulfite de sodium » au lieu de « Bilsulfite de sodium »; annexe IV, 2, 1re colonne, lire « Polyhydroxychlorure » au lieu de « polyhydroxychloru ».

Page 9876 — texte français, annexe IV, 2, 1re colonne, 6e ligne, lire « homopolymères » au lieu de « homopolymètres »; annexe IV, 3, 2e colonne, 12e ligne, lire « Mg CO₃ » au lieu de « HgCO₃ »; annexe IV, 3, 1re colonne, lire « anhydride carbonique » au lieu de « andydride carbonique ».

Blz. 9874 — Nederlandse tekst, bijlage IV, 2, leze men « coagulation-floculation » in plaats van « coagulation-florulation »; bijlage IV, 3, derde kolom, vierde cijfer van bovenaan, leze men « 150 » in plaats van « 130 ».

Blz. 9875 — Nederlandse tekst, bijlage IV, 4, wordt « hulps-tukken » vervangen door « hulpstoffen ».

Blz. 9875 — Franse tekst, bijlage IV, wordt « auxiliaires technologiques » vervangen door « additifs ».

Blz. 9875 — Franse tekst, bijlage IV, 1, eerste kolom, wordt het woord « reagens » vervangen door « réactif »; bijlage IV, 1, eerste kolom, leze men « Bisulfite de sodium » in plaats van « Bilsulfite de sodium »; bijlage IV, 2, eerste kolom, leze men « Polyhydroxychlorure » in plaats van « polyhydroxychloru ».

B'z. 9876 — Franse tekst, bijlage IV, 2, eerste kolom, zesde regel, leze men « homopolymères » in plaats van « homopolymètres »; bijlage IV, 3, tweede kolom, twaalfde regel, leze men « Mg CO₃ » in plaats van « HgCO₃ »; bijlage IV, 3, eerste kolom, leze men « anhydride carbonique » in plaats van « andydride carbonique ».

EXÉCUTIFS — EXECUTIEVEN

REGION WALLONNE

F. 85 — 894

27 MARS 1985

Décret modifiant l'article 67 du Code wallon de l'Aménagement du Territoire et de l'Urbanisme (1)

Le Conseil Régional Wallon a adopté et Nous, Exécutif, sanctionnons ce qui suit :

Article 1er. L'article 67, § 2, alinéa 1er, du Code wallon de l'Aménagement du Territoire et de l'Urbanisme est remplacé par la disposition suivante :

« Sans préjudice de l'application du chapitre XXIII du livre IV de la quatrième partie du Code judiciaire, le jugement ordonne que, lorsque les lieux ne sont pas remis en état ou les travaux et ouvrages ne sont pas exécutés dans le délai prescrit, le fonctionnaire délégué, le Collège et éventuellement la partie civile pourront pourvoir d'office à son exécution. L'administration, ou le particulier qui exécute le jugement, a le droit de vendre les matériaux et objets résultant de la remise en état des lieux, de les transporter, de les entreposer et de procéder à leur destruction en un lieu qu'il choisit. »

Art. 2. Dans l'article 67 du Code wallon de l'Aménagement du Territoire et de l'Urbanisme, il est inséré un paragraphe 2bis, rédigé comme suit :

« § 2bis. Lorsque le jugement ordonne à la demande du fonctionnaire délégué ou du Collège des bourgmestre et échevins conformément à l'article 67, § 1er, soit la remise en état des lieux, soit l'exécution d'ouvrages ou de travaux d'aménagement, ceux-ci sont exécutés par le condamné sans qu'il doive obtenir le permis prévu à l'article 41.

Toutefois, le condamné est tenu de prévenir le Collège des bourgmestre et échevins, huit jours avant le début des travaux; le Collège pourra imposer des conditions d'exécution, notamment en ce qui concerne la sécurité et la salubrité publique. »

Promulguons le présent décret, ordonnons qu'il soit publié au *Moniteur belge*.

Donné à Bruxelles, le 27 mars 1985.

Le Ministre-Président de la Région Wallonne, chargé de l'Economie,
J.-M. DEHOUSSE

Le Ministre de la Région Wallonne, chargé de la Tutelle et des Relations extérieures,
A. DAMSEAUX

Le Ministre de la Région Wallonne pour le Budget et l'Energie,
Ph. BUSQUIN

Le Ministre des Technologies nouvelles et des P.M.E.,
de l'Aménagement du Territoire et de la Forêt
pour la Région Wallonne.
M. WATHELET

Le Ministre de la Région Wallonne pour l'Eau, l'Environnement et la Vie rurale,
V. FEAUX

Le Ministre de la Région Wallonne pour le Logement et l'Informatique,
J. MAYENCE-GOOSSENS

(1) Session 1984-1985.

Documents du conseil 129 (1984-1985), N^{os} 1 et 2.

Compte-rendu intégral. — Séance publique du 21 mars 1985. — Discussion. — Vote