

## II

(Nicht veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)

## KOMMISSION

## VIERTE RICHTLINIE DER KOMMISSION

vom 11. Oktober 1985

zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Analysemethoden zur Kontrolle der Zusammensetzung der kosmetischen Mittel

(85/490/EWG)

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie 76/768/EWG des Rates vom 27. Juli 1976 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über kosmetische Mittel<sup>(1)</sup>, zuletzt geändert durch die Richtlinie 85/391/EWG<sup>(2)</sup>, insbesondere auf Artikel 8 Absatz 1,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Die Richtlinie 76/768/EWG sieht amtliche Kontrollen der kosmetischen Mittel vor um festzustellen, ob die aufgrund der Gemeinschaftsbestimmungen über die Zusammensetzung der kosmetischen Mittel vorgeschriebenen Bedingungen erfüllt sind.

Hierzu müssen so rasch wie möglich alle erforderlichen Analysemethoden festgelegt werden. Nachdem nunmehr mit der Festlegung verschiedener Methoden in den Richtlinien 80/1335/EWG<sup>(3)</sup>, 82/434/EWG<sup>(4)</sup> und 83/514/EWG<sup>(5)</sup> der Kommission drei Etappen auf diesem Wege erreicht wurden, bedeutet die Festlegung der Methoden zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von Glycerin-1-(4-aminobenzoat), zur quantitativen Bestimmung von Chlorbutanol, zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von Chinin, zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von anorganischen Sulfiten und Bisulfiten, zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von Alkalichloraten und zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von Natriumjodat einen vierten Schritt in dieser Richtung.

Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ausschusses für die Anpassung an den technischen Fortschritt im Sinne der Richtlinie 76/768/EWG —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

*Artikel 1*

Die Mitgliedstaaten treffen alle zweckdienlichen Maßnahmen, um sicherzustellen, daß für

- den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Glycerin-1-(4-aminobenzoat),
- die quantitative Bestimmung von Chlorbutanol,
- den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Chinin,
- den Nachweis und die quantitative Bestimmung von anorganischen Sulfiten und Bisulfiten,
- den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Alkalichloraten,
- den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Natriumjodat

die amtlichen Kontrollen von kosmetischen Mitteln nach den im Anhang beschriebenen Methoden durchgeführt werden.

*Artikel 2*

Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften, um dieser Richtlinie bis zum 31. Dezember 1986 nachzukommen. Sie setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.

*Artikel 3*

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 11. Oktober 1985

*Für die Kommission*

Stanley CLINTON DAVIS

*Mitglied der Kommission*

<sup>(1)</sup> ABl. Nr. L 262 vom 27. 9. 1976, S. 169.

<sup>(2)</sup> ABl. Nr. L 224 vom 22. 8. 1985, S. 40.

<sup>(3)</sup> ABl. Nr. L 383 vom 31. 12. 1980, S. 27.

<sup>(4)</sup> ABl. Nr. L 185 vom 30. 6. 1982, S. 1.

<sup>(5)</sup> ABl. Nr. L 291 vom 24. 10. 1983, S. 9.

## ANHANG

## NACHWEIS UND QUANTITATIVE BESTIMMUNG VON GLYCERIN-1-(4-AMINOENZOAT)

## A. IDENTIFIZIERUNG

## 1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren dient zum Nachweis des Glycerin-1-(4-Aminobenzoats) oder Monoglycerinesters der 4-Aminobenzoessäure. Es gestattet ebenfalls den Nachweis des gegebenenfalls als Verunreinigung vorhandenen Ethylesters der 4-Aminobenzoessäure.

## 2. PRINZIP

Die Identifizierung erfolgt durch Dünnschichtchromatographie auf Kieselgelplatten mit Fluoreszenzindikator und Nachweis der primären Aminfunktion durch Bildung eines Diazofarbstoffes auf der Platte.

## 3. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.

3.1. Lösungsmittelgemisch : Cyclohexan — Isopropanol — stabilisiertes Dichlormethan : 48 — 64 — 9 (v/v/v)

3.2. Fließmittelgemisch : Petrolether (40 — 60 °C) — Benzol — Aceton — Ammoniak (mindestens 25 % NH<sub>3</sub>): 35 — 35 — 35 — 1 (v/v/v/v)

3.3. Sprühmittel : Lösung a) : Natriumnitrit : 1,0 g in 100 ml 1 M HCl (kurz vor Gebrauch zuzubereiten)  
Lösung b) : 2-Naphthol : 0,2 g in 100 ml 1 M KOH

3.4. Standardlösungen : Monoglycerinester der 4-Aminobenzoessäure : 0,05 g in 100 ml Lösungsmittelgemisch (3.1)

Ethylester der 4-Aminobenzoessäure : 0,05 g in 100 ml Lösungsmittelgemisch (3.1)

3.5. DC-Fertigplatten Kieselgel 60 F 254, Schichtdicke 0,25 mm. 20 cm × 20 cm oder gleichwertiges

## 4. GERÄTE

4.1. Übliches Chromatographiegerät

4.2. Ultraschallbad

4.3. Millipore-Filter FH, 0,5 µm oder gleichwertiges

## 5. ARBEITSWEISE

## 5.1. Probenvorbereitung

1,5 g des zu analysierenden Stoffes in ein verschließbares graduiertes 10-ml-Gefäß einwiegen und mit dem Lösungsmittelgemisch (3.1) auf 10 ml auffüllen. Gefäß verschließen und eine Stunde lang bei Zimmertemperatur ins Ultraschallbad stellen. Durch ein Millipore-Filter (4.3) filtrieren. Filtrat für die Chromatographie verwenden.

## 5.2. Dünnschichtchromatographie

10 µl des Filtrats (5.1) und je 10 µl der Standardlösungen (3.4) auf eine DC-Platte (3.5) auftragen. Chromatogramm in einem zuvor mit dem Fließmittelgemisch (3.2) gesättigten Gefäß 15 cm entwickeln. Die Platte bei Zimmertemperatur unter dem Abzug trocknen lassen.

## 5.3. Nachweis

5.3.1. Platte unter UV-Licht (254 nm) betrachten.

5.3.2. Die völlig trockene Platte mit Sprühmittel 3.3 Buchstabe a) besprühen. Bei Zimmertemperatur 1 Minute trocknen lassen und sofort danach Sprühmittel 3.3 Buchstabe b) sprühen. Platte im Trockenschrank bei 60 °C trocknen lassen. Die Flecken färben sich orange.

Monoglycerinester der 4-Aminobenzoessäure : R<sub>f</sub> ca. 0,07 Ethylester der 4-Aminobenzoessäure : R<sub>f</sub> ca. 0,55

## B. QUANTITATIVE BESTIMMUNG

## 1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren dient zur Bestimmung des Monoglycerinesters der 4-Aminobenzoesäure. Diese Methode gestattet ebenfalls die Bestimmung des Ethylesters der 4-Aminobenzoesäure.

Sie eignet sich zur Bestimmung von höchstens 5 % (m/m) Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure und 1 % (m/m) Ethylester der 4-Aminobenzoesäure.

## 2. DEFINITION

Der nach diesem Verfahren bestimmte Gehalt an Monoglycerinester und Ethylester der 4-Aminobenzoesäure wird als Massenprozent (% m/m) dargestellt.

## 3. PRINZIP

Nach geeigneter Vorbehandlung des zu analysierenden Produktes wird die Bestimmung mit Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) durchgeführt.

## 4. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein bzw. für HPLC geeignet sein.

## 4.1. Methanol

4.2. Kaliumdihydrogenorthosphat  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ 4.3. Zink-di(acetat)  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 4.4. Essigsäure,  $d_4^{20} = 1,05$ 4.5. Kaliumferrocyanid  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 

## 4.6. Ethylester der 4-Hydroxybenzoesäure

## 4.7. Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure

## 4.8. Ethylester der 4-Aminobenzoesäure (Benzocain)

## 4.9. Pufferlösung 0,02 M: 2,72 g Kaliumdihydrogenorthosphat (4.2) in 1 l destilliertem Wasser lösen

## 4.10. Fließmittel: Pufferlösung (4.9) — Methanol (4.1) 61 — 39 (v/v)

Die Zusammensetzung dieses Fließmittels kann verändert werden, um einen Auflösungsfaktor  $R \geq 1,5$  zu erhalten.

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

$R_1$  und  $R_2$  = Retentionszeiten von 2 Peaks in min

$W_1$  und  $W_2$  = Breite derselben Peaks bei halber Höhe in mm

$d'$  = Papiervorschub in mm/min

## 4.11. Stammlösung für Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure: ungefähr 40 mg Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure in einen Meßkolben von 100 ml genau einwiegen und in 40 ml Methanol (4.1) lösen. Mit Pufferlösung (4.9) auffüllen und mischen.

## 4.12. Stammlösung für Ethylester der 4-Aminobenzoesäure: ungefähr 40 mg Ethylester der 4-Aminobenzoesäure in einen Meßkolben von 100 ml genau einwiegen und in 40 ml Methanol (4.1) lösen. Mit Pufferlösung (4.9) auffüllen und mischen.

## 4.13. Interne Standardlösung: 50 mg (q mg) Ethylester der 4-Hydroxybenzoesäure (4.6) auf 0,5 mg genau in einen 100-ml-Meßkolben einwiegen und in 40 ml Methanol (4.1) lösen. Mit Pufferlösung (4.9) auffüllen und mischen.

## 4.14. Standardlösungen: Durch Lösen in 100 ml Fließmittel (4.10) vier Standardlösungen gemäß nachstehender Tabelle zubereiten:

Standardlösung	Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure		Ethylester der 4-Aminobenzoesäure		Ethylester der 4-Hydroxybenzoesäure	
	ml (4.11)	$\mu\text{g/ml}$ (*)	ml (4.12)	$\mu\text{g/ml}$ (*)	ml (4.13)	$\mu\text{g/ml}$ (*)
I	2	8	2	8	10	50
II	4	16	3	12	10	50
III	6	24	4	16	10	50
IV	10	40	5	20	10	50

(\*) Diese Werte sind richtungsweisend und entsprechen den genau gewogenen Lösungen 4.11, 4.12 und 4.13.

N.B.: Diese Lösungen können auf verschiedene Weise erreicht werden.

- 4.15. Carrez-I-Lösung : 26,5 g Kaliumferrocyanid (4.5) in Wasser lösen und auf 250 ml auffüllen.
- 4.16. Carrez-II-Lösung : 54,9 g Zink-di(acetat) (4.3) und 7.5 ml Essigsäure (4.4) in Wasser lösen und auf 250 ml auffüllen.
- 4.17. Lichrosorb RP 18, 5 µm oder gleichwertiges Erzeugnis.

## 5. GERÄTE

### 5.1. Übliches Laborgerät

5.2. Flüssigchromatograph mit UV-Detektor mit variabler Wellenlänge und Säulentermostat (45 °C)

### 5.3. Edelstahlsäule

Länge : 25 cm  
Innendurchmesser : 4,6 mm  
Säulenfüllung : Lichrosorb RP 18 (4.17)

### 5.4. Ultraschallbad

## 6. VERFAHREN

### 6.1. Probenvorbereitung

6.1.1. Ungefähr 1 g (p g) der Probe in ein Becherglas von 100 ml genau einwiegen und 10 ml Methanol (4.1) hinzufügen.

6.1.2. Becherglas 20 Minuten in das Ultraschallbad (5.4) stellen und eine Suspension erzeugen. Diese Suspension mit höchstens 75 ml Fließmittel (4.10) quantitativ in einen Meßkolben von 100 ml umgießen. Nacheinander 1 ml Carrez-I-Lösung (4.15) und 1 ml Carrez-II-Lösung (4.16) hinzufügen und nach jeder Hinzugabe mischen.

Mit Fließmittel (4.10) auffüllen, nochmals mischen und durch ein Faltenfilter filtrieren.

6.1.3. Mit einer Pipette 3,0 ml des nach 6.1.2 erhaltenen Filtrats und 5,0 ml interne Standardlösung (4.13) in einen Meßkolben von 50 ml geben. Mit Fließmittel (4.10) auffüllen und mischen. Die so erhaltene Probelösung für die in 6.2 beschriebene chromatographische Analyse benutzen.

### 6.2. Chromatographie

6.2.1. Säulendurchfluß des Fließmittelgemischs (4.10) auf 1,2 ml/min einstellen und die Säulentemperatur auf 45 °C bringen.

6.2.2. Detektor (5.2) auf 274 nm einstellen.

6.2.3. 20 µl Probelösung (6.1.3) einspritzen und die Peakflächen messen.

### 6.3. Eichkurven

6.3.1. Von jeder der in 4.14 definierten Standardlösungen 20 µl nach 6.2.3 einspritzen und Peakflächen messen.

6.3.2. Für jede Konzentration ist das Verhältnis zwischen der Peakfläche des Monoglycerinesters der 4-Aminobenzoessäure und der Peakfläche des internen Standards zu berechnen. Zeichne die Eichkurve, indem diese Peakflächen-Verhältnisse auf der Ordinate und die entsprechenden Massenverhältnisse auf der Abszisse aufgetragen werden.

6.3.3. Entsprechend ist für den Ethylester der 4-Aminobenzoessäure zu verfahren.

## 7. BERECHNUNG

7.1. Für die in 6.2.3 erhaltenen Peakflächen-Verhältnisse können auf den nach 6.3 erhaltenen Eichkurven die entsprechenden Massenverhältnisse RP 1 und RP 2 abgelesen werden :

RP 1 = Massenverhältnis Monoglycerinester der 4-Aminobenzoessäure/Ethylester der 4-Hydroxybenzoessäure

RP 2 = Massenverhältnis Ethylester der 4-Aminobenzoessäure/Ethylester der 4-Hydroxybenzoessäure

- 7.2. Anhand dieser Massenverhältnisse berechnet man den Gehalt an Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure und Ethylester der 4-Aminobenzoesäure als Massenprozent (% m/m) nach folgenden Formeln :
- $$\% \text{ (m/m) Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure} = \text{RP 1} \times \frac{q}{6 p}$$
- $$\% \text{ (m/m) Ethylester der 4-Aminobenzoesäure} = \text{RP 2} \times \frac{q}{6 p}$$
- q = nach 4.13 eingewogene Menge Ethylester der 4-Hydroxybenzoesäure (interner Standard) in mg  
p = nach 6.1.1 eingewogene Probemenge in g
8. WIEDERHOLBARKEIT (1)
- 8.1. Bei einem Gehalt an Monoglycerinester der 4-Aminobenzoesäure von 5 % (m/m) darf der Unterschied zwischen den Ergebnissen von zwei Parallelbestimmungen an der gleichen Probe 0,25 % nicht überschreiten.
- 8.2. Bei einem Gehalt an Ethylester der 4-Aminobenzoesäure von 1 % (m/m) darf der Unterschied zwischen den Ergebnissen von zwei Parallelbestimmungen an der gleichen Probe 0,10 % nicht überschreiten.
9. ANMERKUNGEN
- 9.1. Vor der eigentlichen Analyse vergewissere man sich, daß die Probe keine Verbindungen enthält, deren Peak auf dem Chromatogramm mit demjenigen des internen Standards zusammenfällt.
- 9.2. Um sicher zu sein, daß keine weiteren Interferenzen vorhanden sind, ist die Bestimmung zu wiederholen, wobei das Verhältnis des Methanol in der mobilen Phase um  $\pm 10\%$  verändert werden kann.

## QUANTITATIVE BESTIMMUNG VON CHLORBUTANOL

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH
- Diese Methode eignet sich für die Bestimmung von Chlorbutanol bis zu einer Höchstkonzentration von 0,5 % (m/m) in allen kosmetischen Mitteln (mit Ausnahme von Aerosolen).
2. DEFINITION
- Der nach dieser Methode bestimmte Gehalt an Chlorbutanol wird als Massenprozent (% m/m) des Produktes angegeben.
3. PRINZIP
- Nach geeigneter Behandlung des zu untersuchenden Stoffes wird die Bestimmung durch Gaschromatographie in Gegenwart von 2,2,2-Trichlorethanol als internem Standard durchgeführt.
4. REAGENZIEN
- Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.
- 4.1. Chlorbutanol (1,1,1-Trichlor-2-methyl-propan-2-ol, Hemihydrat)
- 4.2. 2,2,2-Trichlorethanol
- 4.3. Ethanol absolut
- 4.4. Standardlösung von Chlorbutanol : 0,025 g in 100 ml Ethanol (4.3)
- 4.5. Interne Standardlösung von 2,2,2-Trichlorethanol : 0,004 g in 100 ml Ethanol (4.3)
5. GERÄTE
- 5.1. Übliches Laborgerät
- 5.2. Gaschromatograph mit  $^{63}\text{Ni}$ -Elektroneneinfangdetektor
6. VERFAHREN
- 6.1. Vorbereitung der Proben : Zwischen 0,1 g und 0,3 g der Probe (p g) in einen 100-ml-Meßkolben genau einwiegen. In Ethanol (4.3) lösen, 1 ml der internen Standardlösung (4.5) hinzufügen und mit Ethanol auffüllen.

(1) Nach der Norm ISO 5725.

## 6.2. Gaschromatographie-Bedingungen

6.2.1. Die Bedingungen müssen so gewählt sein, daß der Auflösungsfaktor  $R \geq 1,5$  ist

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

$R_1$  und  $R_2$  = Retentionszeit von 2 Peaks in min

$W_1$  und  $W_2$  = Breite derselben Peaks bei halber Peakhöhe in mm

$d'$  = Papiervorschub in mm/min

6.2.2. Folgende Verfahrensbedingungen führen zu den gewünschten Ergebnissen :

Säule	I	II
Typ :	Glassäule	Edelstahlsäule
Länge :	1,80 m	3 m
Innendurchmesser :	3 mm	3 mm
Stationäre Phase :	10 % Carbowax 20 M TPA auf Gaschrom Q 80-100 mesh	5 % OV 17 auf Chromsorb WAW DMCS 80-100 mesh
Konditionierung :	2-3 Tage bei 190 °C	
Temperatur :		
— Injektor :	200 °C	150 °C
— Säule :	150 °C	100 °C
— Detektor :	200 °C	150 °C
Trägergas :	Stickstoff	Argon-Methan (95/5 v/v)
Durchsatz :	35 ml/min	32 ml/min

## 6.3. Eichkurve

Zur Herstellung der Standardlösungen werden in fünf 100-ml-Meßkolben jeweils 1 ml interne Standardlösung (4.5) gegeben, 0,20 ; 0,30 ; 0,40 ; 0,50 bzw. 0,60 ml der Chlorbutanol-Standardlösung (4.4) hinzugefügt und mit Ethanol (4.3) aufgefüllt.

Jeweils 1 µl von jeder dieser Lösungen werden unter den in 6.2.2 beschriebenen Arbeitsbedingungen in den Gaschromatographen injiziert. Man erstellt eine Eichkurve, indem das Massenverhältnis Chlorbutanol/2,2,2-Trichlorethanol als Abszisse gegen das Verhältnis der entsprechenden Peakflächen als Ordinate aufgetragen wird.

6.4. 1 µl der nach 6.1 gewonnenen Lösung injizieren und unter gleichen Bedingungen (6.2.2) weiterverfahren.

## 7. BERECHNUNG

7.1. Berechne aus der Eichkurve (6.3) die Chlorbutanolkonzentration, ausgedrückt in µg Chlorbutanol der Lösung 6.1 (a µg).

7.2. Der Chlorbutanolgehalt der Probe (% m/m) wird errechnet nach der Formel :

$$\% \text{ (m/m) Chlorbutanol} = \frac{a \times 10^2}{p \times 10^6} = \frac{a}{p \times 10^4}$$

## 8. WIEDERHOLBARKEIT <sup>(1)</sup>

Bei einem Chlorbutanolgehalt von 0,5 % (m/m) darf der Unterschied zwischen zwei an der gleichen Probe durchgeführten Bestimmungen 0,01 % nicht überschreiten.

### Bemerkung

Wenn das Ergebnis gleich oder höher ist als die erlaubte Höchstkonzentration, muß das Fehlen von Interferenzen geprüft werden.

<sup>(1)</sup> Nach der Norm. ISO 5725.

## NACHWEIS UND QUANTITATIVE BESTIMMUNG VON CHININ

### A. NACHWEIS

1. **ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH**  
Diese Methode dient zum Nachweis von Chinin in Shampoos und Haarlotionen.
2. **PRINZIP**  
Die Identifizierung erfolgt durch Dünnschichtchromatographie auf Kieselgel und durch Nachweis der intensiven Blaufluoreszenz des Chinins in saurem Milieu beim Betrachten im UV-Licht bei 360 nm.  
Zur Bestätigung kann diese Fluoreszenz nachträglich mit Bromdämpfen beseitigt und mit Ammoniakdämpfen eine gelbliche Fluoreszenz hervorgerufen werden.
3. **REAGENZIEN**  
Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.
  - 3.1. Kieselgelplatten ohne Fluoreszenzindikator, Schichtdicke 0,25 mm, 20 cm × 20 cm
  - 3.2. Fließmittelgemisch : Toluol — Diethylether — Dichlormethan — Diethylamin : 20 — 20 — 20 — 8 (v/v/v/v)
  - 3.3. Methanol
  - 3.4. Schwefelsäure 96 % ;  $d_4^{20} = 1,84$
  - 3.5. Diethylether
  - 3.6. Sprühreagenz : 5 ml Schwefelsäure (3.4) vorsichtig zu 95 ml Diethylether (3.5) in einem gekühlten Gefäß hinzufügen.
  - 3.7. Brom
  - 3.8. Ammoniaklösung 28 % ,  $d_4^{20} = 0,90$
  - 3.9. Chinin, wasserfrei
  - 3.10. Standardlösung : etwa 100 mg Chinin (3.9) genau einwiegen und mit Methanol (3.3) in einem Meßkolben auf 100 ml auffüllen.
4. **GERÄTE**
  - 4.1. Übliche Einrichtung für Dünnschichtchromatographie
  - 4.2. Ultraschallbad
  - 4.3. Millipore-Filter FH 0,5 µm oder gleichwertiges mit geeignetem Filtriergerät
5. **VERFAHREN**
  - 5.1. **Probenvorbereitung**  
Eine ausreichende Menge der Probe, die etwa 100 mg Chinin enthält, in einen 100-ml-Meßkolben genau einwiegen und mit Methanol (3.3) auffüllen.  
Den Meßkolben verschließen und eine Stunde lang bei Zimmertemperatur im Ultraschallbad (4.2) lassen. Durch ein Filter (4.3) filtrieren und Filtrat für die Chromatographie benutzen.
  - 5.2. **Dünnschichtchromatographie**  
1 µl Standardlösung (3.10) und 1 µl Probelösung (5.1) auf eine Kieselgelplatte (3.1) auftragen. Die Platte in einem zuvor mit dem Fließmittelgemisch (3.2) gesättigten Gefäß 15 cm entwickeln lassen.
  - 5.3. **Nachweis**
    - 5.3.1. Platte bei Zimmertemperatur trocknen.
    - 5.3.2. Mit Reagenz 3.6 sprühen.
    - 5.3.3. Platte eine Stunde lang bei Zimmertemperatur trocknen lassen.
    - 5.3.4. Platte unter einer UV-Lampe bei  $\lambda = 360$  nm betrachten.  
Chinin erscheint als intensiv fluoreszierender blauer Fleck  
Die RF-Werte der wichtigsten Chinaalkaloide, die mit dem Fließmittelsystem 3.2 entwickelt wurden, sind als Beispiel in Tabelle I angegeben :

TABELLE I

Alkaloid	Rf
Chinin	0,20
Chinidin	0,29
Cinchonin	0,33
Cinchonidin	0,27
Hydrochinidin	0,17

- 5.3.5. Zur weiteren Bestätigung des Vorhandenseins von Chinin wird die Platte etwa eine Stunde lang Bromdämpfen (3.7) ausgesetzt : die Fluoreszenz verschwindet. Wird die gleiche Platte Ammoniakdämpfen (3.8) ausgesetzt, so treten die Flecke mit Braunfärbung wieder auf ; bei erneuter Betrachtung unter UV-Licht (360 nm) ist eine gelbliche Fluoreszenz festzustellen.

Nachweisgrenze : 0,1 µg Chinin

## B. QUANTITATIVE BESTIMMUNG

### 1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode dient zur Bestimmung des Chinin und ist geeignet, bis zu 0,5 % (m/m) in Shampoos und 0,2 % (m/m) in Haarlotionen zu bestimmen.

### 2. DEFINITION

Der mit diesem Verfahren bestimmte Chiningehalt wird in Massenprozent (% m/m) des Erzeugnisses ausgedrückt.

### 3. PRINZIP

Nach geeigneter Vorbehandlung des zu untersuchenden Produktes wird die Bestimmung mit Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPCL) durchgeführt.

### 4. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein bzw. für HPLC geeignet sein.

#### 4.1. Acetonitril

#### 4.2. Kaliumdihydrogenorthophosphat $\text{KH}_2\text{PO}_4$

#### 4.3. Orthophosphorsäure 85 % ; $d_4^{20} = 1,70$

#### 4.4. Tetramethylammoniumbromid

#### 4.5. Chinin, wasserfrei

#### 4.6. Methanol

#### 4.7. Orthophosphorsäurelösung, 0,1 M : 11,53 g Orthophosphorsäure (4.3) in einem Meßkolben mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen.

#### 4.8. Kaliumdihydrogenorthophosphatlösung, 0,1 M : 13,6 g Kaliumdihydrogenorthophosphat (4.2) in einem Meßkolben mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen.

#### 4.9. Tetramethylammoniumbromidlösung, 0,1 M : 15,40 g Tetramethylammoniumbromid (4.4) in einem Meßkolben mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen.

#### 4.10. Fließmittel : Orthophosphorsäurelösung (4.7) — Kaliumdihydrogenorthophosphatlösung (4.8) — Tetramethylammoniumbromidlösung (4.9) — Wasser — Acetonitril (4.1) : 10 — 50 — 100 — 340 — 90 (v/v/v/v/v)

Die Zusammensetzung dieses Fließmittels kann verändert werden, um einen Auflösungsfaktor  $R \geq 1,5$  zu erhalten.

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

$R_1$  und  $R_2$  = Retentionszeiten von zwei Peaks in min

$W_1$  und  $W_2$  = Breite derselben Peaks bei halber Höhe in mm

$d'$  = Papiervorschub in mm/min

#### 4.11. Octadecylsilan, chemisch gebunden an Kieselgel, 10 µm

#### 4.12. Standardlösungen : In eine Reihe von 100 ml Meßkolben etwa 5,0 ; 10,0 ; 15,0 bzw. 20,0 mg wasserfreies Chinin (4.5) genau einwiegen. Mit Methanol (4.6) auffüllen und bis zur Auflösung des Chinins umrühren. Jede Lösung durch ein 0,5 µm Filter (5.5) filtrieren.

### 5. GERÄTE

#### 5.1. Übliches Laborgerät

#### 5.2. Ultraschallbad

#### 5.3. Flüssigchromatograph mit UV-Detektor mit variabler Wellenlänge

#### 5.4. Edelstahlsäule

Länge : 25 cm

Innendurchmesser : 4,6 mm

Säulenfüllung : Octadecylsilan (4.11)

#### 5.5. Millipore-Filter, FH 0,5 µm oder gleichwertiges mit geeignetem Filtriergerät

6. VERFAHREN
  - 6.1. **Probenvorbereitung**

In einen 100-ml-Meßkolben eine Probenmenge, die etwa 10 mg wasserfreies Chinin enthält, genau einwiegen. Mit etwa 20 ml Methanol (4.6) versetzen und den Kolben 20 Minuten lang in das Ultraschallbad (5.2) stellen. Mit Methanol (4.6) zum Volumen auffüllen. Einen aliquoten Teil durch ein Filter (5.5) filtrieren.
  - 6.2. **Chromatographiebedingungen**

Durchfluß der mobilen Phase (4.10): 1,0 ml/min  
Detektionswellenlänge (5.3): 332 nm  
eingespritzte Menge: 10 µl Lösung (6.1) — Messung der Peakfläche
  - 6.3. **Eichgerade**

Mindestens dreimal 10 µl von jeder der Standardlösungen (4.12) einspritzen, die Peakflächen messen und bei jeder Konzentration die Mittelwerte berechnen. Eichgerade zeichnen.
7. BERECHNUNG
  - 7.1. Anhand der Eichgeraden (6.3) mit Hilfe der Peakfläche die Menge wasserfreies Chinin — ausgedrückt in µg — in dem eingespritzten Volumen (6.2) bestimmen.
  - 7.2. Den Gehalt an wasserfreiem Chinin in Massenprozent der untersuchten Probe nach folgender Formel berechnen:  
$$\% \text{ (m/m) wasserfreies Chinin} = \frac{B}{A}$$
dabei ist  
B = Menge wasserfreies Chinin in µg in 10 µl Filtrat (6.1)  
A = Masse der Probe (6.1) in g
8. WIEDERHOLBARKEIT (1)

Bei einem Gehalt von 0,5 % (m/m) an wasserfreiem Chinin darf die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Messungen, die parallel an derselben Probe vorgenommen wurden, 0,02 % nicht überschreiten.

Bei einem Gehalt von 0,2 % (m/m) an wasserfreiem Chinin darf die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Messungen, die parallel an derselben Probe vorgenommen wurden, 0,01 % nicht überschreiten.

## NACHWEIS UND QUANTITATIVE BESTIMMUNG VON ANORGANISCHEN SULFITEN UND BISULFITEN

### ANWENDUNGSBEREICH

Die Methode beschreibt den Nachweis und die Bestimmung von anorganischen Sulfiten und Bisulfiten in kosmetischen Erzeugnissen. Sie ist nur anwendbar auf Produkte, die eine wässrige oder alkoholische Phase enthalten und für Gehalte bis zu 0,2 % Schwefeldioxid.

### A. NACHWEIS

1. PRINZIP

Die Probe wird in Salzsäure erhitzt und das freigesetzte Schwefeldioxid entweder durch seinen Geruch oder durch Indikatorpapier nachgewiesen.
2. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.

  - 2.1. Salzsäure, 4 M
  - 2.2. Kaliumjodatstärkepapier oder ein anderes geeignetes Indikatorpapier
3. GERÄTE
  - 3.1. Übliches Laborgerät
  - 3.2. 25-ml-Kolben mit kurzem Rückflußkühler
4. VERFAHREN
  - 4.1. Etwa 2,5 g der Probe und 10 ml Salzsäure (2.1) werden in den Kolben (3.2) gegeben.
  - 4.2. Mischen und bis zum Sieden erhitzen.
  - 4.3. Die Entwicklung von Schwefeldioxid wird entweder durch Geruch oder mit Indikatorpapier (2.2) nachgewiesen.

(1) Nach der Norm ISO 5725.

## B. QUANTITATIVE BESTIMMUNG

## 1. DEFINITION

Der nach dieser Methode bestimmte Sulfit- oder Bisulfitgehalt der Probe wird in Masseprozent Schwefeldioxid angegeben.

## 2. PRINZIP

Nach Ansäuern der Probe wird das freigesetzte Schwefeldioxid in eine Wasserstoffperoxidlösung überdestilliert. Die gebildete Schwefelsäure wird mittels einer Natriumhydroxid-Standardlösung titriert.

## 3. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.

3.1. Wasserstoffperoxid 0,2 % (m/v). Täglich frisch zuzubereiten.

3.2. Orthophosphorsäure ( $d_4^{25} = 1,75$ )

3.3. Methanol

3.4. Natriumhydroxid-Standardlösung, 0,01 M

3.5. Stickstoff

3.6. Indikator: Mischung 1 : 1 (v/v) von Methylrot (0,03 % m/v in Ethanol) und Methylenblau (0,05 % m/v in Ethanol). Lösung filtrieren.

## 4. GERÄTE

4.1. Übliches Laborgerät

4.2. Destillationsapparatur (siehe Abbildung)

## 5. VERFAHREN

5.1. Wäge etwa 2,5 g der Probe in den Destillationskolben A (siehe Abbildung) genau ein.

5.2. Füge 60 ml Wasser und 50 ml Methanol (3.3) hinzu und mische.

5.3. Gib 10 ml der Wasserstoffperoxidlösung (3.1), 60 ml Wasser und einige Tropfen des Indikators (3.6) in die Destillationsvorlage D (siehe Abb.). Füge einige Tropfen der Natriumhydroxidlösung (3.4) hinzu, bis der Indikator nach grün umschlägt.

5.4. Der Vorgang 5.3 wird für die Waschflasche E (siehe Abbildung) wiederholt.

5.5. Setze die Apparatur zusammen und stelle den Stickstoffstrom (3.5) auf etwa 60 Blasen pro Minute ein.

5.6. Laß 15 ml Orthophosphorsäure (3.2) durch den Tropftrichter in den Destillationskolben A einlaufen.

5.7. Rasch bis zum Kochen erhitzen und 30 Minuten vorsichtig weitersieden lassen.

5.8. Entferne die Destillationsvorlage D. Spüle das Rohr und titriere dann das Destillat mit Natriumhydroxidlösung (3.4), bis der Indikator (3.6) nach grün umschlägt.

## 6. BERECHNUNG

Berechne den Gehalt der Probe an Sulfit bzw. Bisulfit in Masseprozent nach der Formel:

$$\% \text{ m/m Schwefeldioxid} = \frac{3,2 \text{ MV}}{m}$$

M = molare Konzentration der Natriumhydroxidlösung (3.4)

V = für die Titration (5.8) erforderliches Volumen der Natriumhydroxidlösung (3.4) in ml

m = Masse der Probe (5.1) in gr.

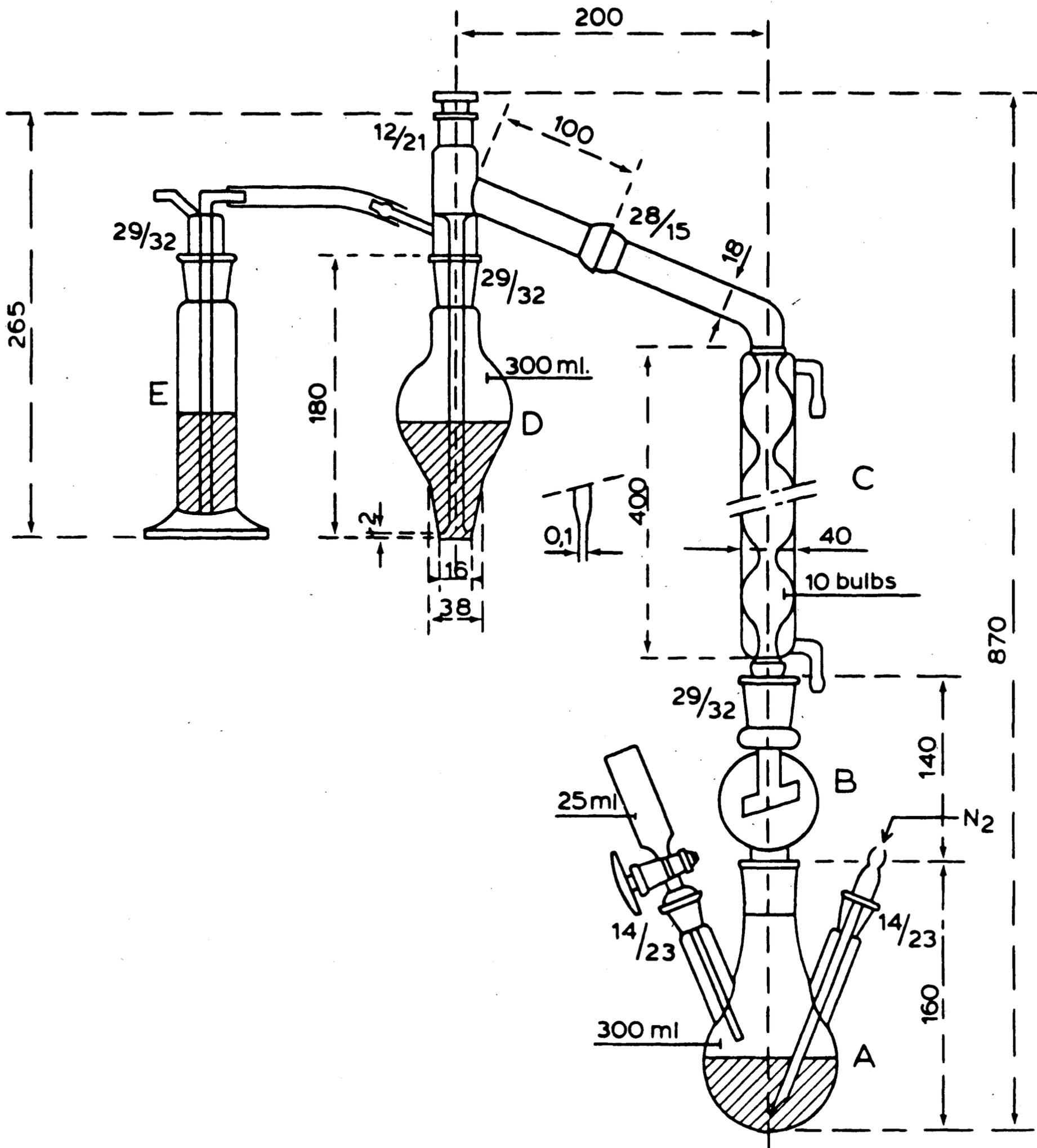
## 7. WIEDERHOLBARKEIT (1)

Bei einem Schwefeldioxidgehalt von 0,2 % m/m darf die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier parallel an der gleichen Probe durchgeführten Bestimmungen 0,006 % nicht überschreiten.

(1) Nach der Norm ISO 5725.

Schwefeldioxid-Destillationsapparat nach TANNER

Alle Angaben in mm



## NACHWEIS UND QUANTITATIVE BESTIMMUNG VON ALKALICHLORATEN

### ANWENDUNGSBEREICH

Die Methode beschreibt den Nachweis und die Bestimmung von Chloraten in Zahnpasten und anderen kosmetischen Produkten.

#### A. NACHWEIS

##### 1. PRINZIP

Chlorat wird von anderen Halogenaten durch Dünnschichtchromatographie getrennt und durch Oxidation von Kaliumjodid zu Jod nachgewiesen.

##### 2. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.

- 2.1. Referenzlösungen : Wässrige Lösungen von Kalium-Chlorat-Bromat und -Jodat, 0,2 % (m/v), frisch zubereitet.
- 2.2. Fließmittel : Ammoniaklösung 28 % (m/v) — Aceton — Butanol : 60 — 130 — 30 (v/v/v)
- 2.3. Wässrige Kaliumjodidlösung, 5 % (m/v)
- 2.4. Stärkelösung, 1-5 % (m/v)
- 2.5. Salzsäure, 1 M
- 2.6. DC-Fertigplatten Cellulose, Schichtdicke 0,25 mm

##### 3. GERÄTE

Übliche Einrichtung für Dünnschichtchromatographie.

##### 4. VERFAHREN

- 4.1. Etwa 1 g der Probe wird mit Wasser extrahiert, filtriert und auf etwa 25 ml verdünnt.
- 4.2. 2 µl dieser Lösung (4.1) und jeweils 2 µl jeder der drei Referenzlösungen (2.1) werden auf die Grundlinie einer DC-Platte (2.6) aufgetragen.
- 4.3. Die DC-Platte in ein Entwicklungsgefäß stellen und mit aufsteigender Chromatographie mit dem Fließmittel (2.2) bis zu etwa drei Viertel der Länge der Platte entwickeln.
- 4.4. Die Platte aus dem Entwicklungsgefäß entfernen und das Fließmittel verdampfen lassen.  
Dauer : bis zu 2 Stunden.
- 4.5. Die Platte mit Kaliumjodidlösung (2.3) besprühen und etwa 5 Minuten lang trocknen lassen.
- 4.6. Die Platte mit Stärkelösung (2.4) besprühen und wieder etwa 5 Minuten lang trocknen lassen.
- 4.7. Die Platte mit Salzsäure (2.5) besprühen.

##### 5. AUSWERTUNG

Ist Chlorat anwesend, so erscheint nach etwa einer halben Stunde ein blauer (eventuell auch brauner) Fleck mit einem Rf-Wert von ca. 0,7 — 0,8. Bromat und Jodat reagieren sofort.

Halogenat	Rf
Chlorat	0,7 — 0,8
Bromat	0,5 — 0,6
Jodat	0 — 0,2

Es ist darauf zu achten, daß die Bromat- und Jodaflecken nicht verwechselt werden.

**B. QUANTITATIVE BESTIMMUNG****1. DEFINITION**

Der nach dieser Methode bestimmte Chloratgehalt der Probe wird in Massenprozent (% m/m) Chlorat ausgedrückt.

**2. PRINZIP**

Chlorat wird mit Zinkpulver in saurem Milieu reduziert. Das entstandene Chlorid wird mit Silbernitrat potentiometrisch titriert. Eine analoge Titration vor der Reduktion weist auf die mögliche Anwesenheit von Halogeniden hin.

**3. REAGENZIEN**

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.

3.1. Essigsäure, 80 % (m/m)

3.2. Zinkpulver

3.3. Silbernitratlösung, 0,1 M

**4. GERÄTE**

4.1. Übliches Laborgerät

4.2. Potentiograph mit Silberindikatorelektrode

**5. VERFAHREN****5.1. Vorbereitung der Probe**

Eine Probenmenge  $m$  von etwa 2 g wird in ein Zentrifugenglas genau eingewogen. Etwa 15 ml Essigsäure (3.1) hinzugeben und sorgfältig mischen. 30 Minuten reagieren lassen und 15 Minuten lang bei 2 000 U/min zentrifugieren.

Die überstehende Flüssigkeit in einen 50-ml-Meßkolben abgießen und das Zentrifugieren zweimal unter Zugabe von jeweils 15 ml Essigsäure (3.1) zu dem Rückstand wiederholen.

Die Lösungen in dem 50-ml-Meßkolben vereinen und mit Essigsäure (3.1) zum Volumen auffüllen.

**5.2. Reduktion von Chlorat**

20 ml der Lösung 5.1 in einen Rundkolben geben, 0,6 g Zinkpulver (3.2) hinzufügen und am Rückflußkühler zum Sieden bringen. 30 Minuten sieden lassen, abkühlen lassen und das überschüssige Zink abfiltrieren. Den Kolben mit Wasser spülen und damit das Filter nachwaschen. Filtrat und Waschwasser vereinen.

**5.3. Bestimmung von Chlorid**

Die Lösung 5.2 wird mit Silbernitratlösung (3.3) unter Verwendung des Potentiographen (4.2) titriert. 20 ml der Lösung 5.1 werden ebenfalls mit Silbernitratlösung (3.3) titriert. Enthält das Erzeugnis Brom- oder Jod-Derivate, die nach Reduktion Bromide oder Jodide freisetzen, so weist die Titrationskurve mehrere Wendepunkte auf. In diesem Fall ist das Volumen an Silbernitratlösung (3.3), das dem Chlorid entspricht, gleich der Volumendifferenz zwischen dem letzten und vorletzten Wendepunkt.

**6. BERECHNUNG**

Der Chloratgehalt der Probe wird nach der Formel

$$\% \text{ (m/m) Chlorat} = \frac{20,9 (V - V') M}{m}$$

berechnet.

$V$  = Volumen der Silbernitratlösung (3.3) in ml, das zur Titration der Lösung 5.2 verbraucht wurde.

$V'$  = Volumen der Silbernitratlösung (3.3) in ml, das zur Titration der Lösung 5.1 verbraucht wurde

$M$  = Molarität der verwendeten Silbernitratlösung (3.3)

$m$  = Masse der Probe in g

**7. WIEDERHOLBARKEIT (1)**

Bei einem Chloratgehalt von 3 bis 5 % darf die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier parallel an der gleichen Probe durchgeführten Bestimmungen 0,07 Massenprozent nicht überschreiten.

(1) Nach der Norm ISO 5725.

**NACHWEIS UND QUANTITATIVE BESTIMMUNG VON NATRIUMJODAT****ANWENDUNGSBEREICH**

Diese Methode beschreibt die Identifizierung und quantitative Bestimmung Natriumjodat in kosmetischen Mitteln, die nach Gebrauch sofort ausgespült werden.

**A. IDENTIFIZIERUNG****1. PRINZIP**

Natriumjodat wird von anderen Halogenaten durch Dünnschichtchromatographie getrennt und durch Oxidation von Jodid zu Jod nachgewiesen.

**2. REAGENZIEN**

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein.

- 2.1. Referenzlösungen : Wässrige Lösungen von Kalium-Chlorat, -Bromat und -Jodat, 0,01 % (m/v), frisch zubereitet.
- 2.2. Fließmittel : Ammoniaklösung 28 % (m/v) — Aceton — Butanol : 60 — 130 — 30 (v/v/v)
- 2.3. Wässrige Kaliumjodidlösung, 5 % (m/v)
- 2.4. Stärkelösung, 1-5 % (m/v)
- 2.5. Salzsäure, 1 M

**3. GERÄTE**

- 3.1. DC-Fertigplatten Cellulose, Schichtdicke 0,25 mm
- 3.2. Übliche Ausstattung für Dünnschichtchromatographie

**4. VERFAHREN**

- 4.1. Etwa 1 g der Probe wird mit Wasser extrahiert, filtriert und auf etwa 10 ml verdünnt.
- 4.2. 2 µl dieser Lösung (4.1) und jeweils 2 µl jeder der drei Referenzlösungen (2.1) werden auf die Grundlinie einer DC-Platte (3.1) aufgetragen.
- 4.3. Die DC-Platte in ein Entwicklungsgefäß stellen und mit aufsteigender Chromatographie mit dem Fließmittel (2.2) bis zu etwa drei Viertel der Länge der Platte entwickeln.
- 4.4. Die Platte aus dem Entwicklungsgefäß entfernen und das Fließmittel bei Zimmertemperatur verdampfen lassen. Dauer : bis zu 2 Stunden.
- 4.5. Die Platte mit Kaliumjodidlösung (2.3) besprühen und etwa 5 Minuten lang trocknen lassen
- 4.6. Die Platte mit Stärkelösung (2.4) besprühen und wieder etwa 5 Minuten lang trocknen lassen
- 4.7. Abschließend die Platte mit Salzsäure (2.5) besprühen

**5. AUSWERTUNG**

Ist Jodat anwesend, so erscheint unmittelbar ein brauner (eventuell auch blauer) Fleck mit einem Rf-Wert von ca. 0-0,2. Bromate werden ebenfalls sofort sichtbar bei einem Rf-Wert von ca. 0,5-0,6; Chlorate nach etwa 30 Minuten bei einem Rf-Wert von ca. 0,7-0,8.

**B. QUANTITATIVE BESTIMMUNG****1. DEFINITION**

Der Gemäß dieser Methode bestimmte Natriumjodatgehalt der Probe wird in Masseprozent Natriumjodat angegeben.

**2. PRINZIP**

Natriumjodat wird in Wasser gelöst und durch Hochdruckflüssigkeitschromatographie unter Verwendung von zwei hintereinander geschalteten Säulen — eine reverse phase C 18-Säule und eine Anionenaustauschsäule — bestimmt.

**3. REAGENZIEN**

Alle Reagenzien müssen analysenrein und für die Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie geeignet sein.

3.1. Salzsäure, 4 M

3.2. Wässrige Natriumsulfatlösung, 5 % m/v

3.3. Natriumjodat-Stammlösung: 50 mg Natriumjodat/100 ml Wasser

3.4. Kaliumdihydrogenorthosphat

3.5. Dinatriumhydrogenorthosphat · 2H<sub>2</sub>O

3.6. Mobile Phase für die HPLC: Löse 3,88 g Kaliumhydrogenorthosphat (3.4) und 1,19 g Dinatriumhydrogenorthosphat · 2 H<sub>2</sub>O (3.5) in einem Liter Wasser. Der pH dieser Lösung beträgt 6.2.

3.7. Universalindikatorpapier, pH 1-11

**4. GERÄTE**

Übliches Laborgerät

4.1. Papierfilter, 110 mm Durchmesser, Schleicher und Schüll Nr. 575 oder gleichwertiges

4.2. Hochdruckflüssigkeitschromatograph mit UV-Detektor mit variabler Wellenlänge

4.3. Säulen: 2 hintereinandergeschaltete Säulen von jeweils 120 mm Länge und 4,6 mm Innendurchmesser.

Säulenfüllung: 1. Säule: Nucleosil<sup>®</sup> 5 C 18 oder gleichwertiges

2. Säule: Vydac<sup>™</sup>-301-SB oder gleichwertiges

**5. VERFAHREN****5.1. Probenvorbereitung****5.1.1. Flüssige Proben (Shampoos)**

Wäge eine Probemenge von etwa 1 g in einen 10 ml Meßkolben genau ein.

Fülle mit Wasser zur Marke auf und mische.

Falls erforderlich, filtriere die Lösung.

Bestimme das Jodat in der Lösung mittels HPLC wie in Absatz 5.2 beschrieben.

**5.1.2. Feste Proben (Seifen)**

Wäge eine zuvor fein zerkleinerte Probemenge von etwa 1 g in einen 100-ml-Meßzylinder mit Glasstopfen genau ein. Fülle mit Wasser bis 50 ml auf und schüttele 1 Minute lang kräftig.

Zentrifugiere und filtriere durch ein Papierfilter (4.1) oder lasse die Mischung mindestens eine Nacht stehen, schüttele die gallertartige Lösung kräftig und filtriere sie durch ein Papierfilter (4.2). Bestimme das Jodat im Filtrat mittels HPLC wie in Absatz 5.2 beschrieben.

**5.2. Chromatographie**

Flowrate: 1 ml/min

Detektionswellenlänge: 210 nm

Einspritzvolumen: 10 µl

Messung: Peakfläche

**5.3. Eichgerade**

Pipettiere 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 bzw. 20.0 ml der Natriumjodatstammlösung (3.3) in 50-ml-Meßkolben. Fülle mit Wasser zur Marke auf und mische. Die so erhaltenen Lösungen enthalten 0.01, 0.02, 0.05, 0.10 bzw. 0.20 mg Natriumjodat pro ml. Injiziere 10 µl von jeder Standard-Jodatlösung in den Flüssigkeitschromatographen (4.3). Bestimme die Peakflächen für Jodat und zeichne die Eichgerade: Peakfläche — Natriumjodatkonzentration.

**6. BERECHNUNG**

Berechne die Natriumjodatkonzentration in Masseprozent (% m/m) nach folgender Formel:

$$\%m/m \text{ Natriumjodat} = \frac{Vc}{10 m}$$

dabei ist:

m = Masse der Probe (5.1) in g

V = Gesamtvolumen der nach 5.1 erhaltenen Probenlösung in ml

c = aus Eichkurve (5.3) entnommene Natriumjodatkonzentration in mg/ml

**7. WIEDERHOLBARKEIT<sup>(1)</sup>**

Bei einem Natriumjodatgehalt von 0,1 % (m/m) darf die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier Parallelbestimmungen, die an der gleichen Probe vorgenommen wurden, 0,002 % nicht überschreiten.

**8. BESTÄTIGUNG****8.1. Prinzip**

In einer angesäuerten Lösung des kosmetischen Produktes wird das Jodat ( $\text{JO}_3^-$ ) durch Sulfid zu Jodid ( $\text{J}^-$ ) reduziert und die erhaltene Lösung mittels HPLC untersucht. Verschwindet nach der Behandlung mit Sulfid ein mit seiner Retentionszeit dem Jodat entsprechender Peak, so kann der ursprüngliche Peak mit größter Wahrscheinlichkeit Jodat zugeschrieben werden.

**8.2. Verfahren**

Pipettiere 5 ml der nach 5.1 gewonnenen Probelösung in einen Erlenmeyer.

Stelle den pH der Lösung mit Salzsäure (3.1) unter Verwendung von Universalindikatorpapier (3.7) auf einen Wert von 3 oder niedriger ein.

Füge 3 Tropfen Natriumsulfidlösung (3.2) hinzu und mische. Injiziere 10 µl dieser Lösung in den Flüssigkeitschromatographen (4.2).

Vergleiche dieses Chromatogramm mit demjenigen, das bei der gleichen Probe nach Abschnitt 5 erhalten wurden.

---

<sup>(1)</sup> Nach der Norm ISO 5725.