

II

(Nicht veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)

KOMMISSION

RICHTLINIE DER KOMMISSION

vom 4. April 1990

zur Änderung der zweiten Richtlinie 82/434/EWG zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Analysemethoden zur Kontrolle der Zusammensetzung der kosmetischen Mittel

(90/207/EWG)

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN
GEMEINSCHAFTEN —

Artikel 2

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen
Wirtschaftsgemeinschaft,

in Erwägung nachstehender Gründe :

In der zweiten Richtlinie 82/434/EWG der Kommission vom 14. Mai 1982 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Analysemethoden zur Kontrolle der Zusammensetzung der kosmetischen Mittel⁽¹⁾ ist eine gemeinsame Analysemethode zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung des freien Formaldehyds vorgesehen.

In Anbetracht der neuen wissenschaftlichen und technischen Erkenntnisse hat es sich als notwendig erwiesen, diese Analysemethoden zu ändern.

Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ausschusses zur Anpassung der Richtlinien zur Beseitigung technischer Handelshemmnisse auf dem Gebiet der kosmetischen Mittel an den technischen Fortschritt —

Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften, um dieser Richtlinie spätestens am 31. Dezember 1990 nachzukommen. Sie setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.

Die aufgrund des ersten Absatzes angenommenen Rechtsvorschriften beziehen sich ausdrücklich auf diese Richtlinie.

Artikel 3

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 4. April 1990

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN :

Artikel 1

Kapitel IV des Anhangs der Richtlinie 82/434/EWG wird ersetzt durch den nachstehenden Text im Anhang zu dieser Richtlinie.

Für die Kommission

Karel VAN MIERT

Mitglied der Kommission

(1) ABl. Nr. L 185 vom 30. 6. 1982, S. 1.

ANHANG

„IV. NACHWEIS UND QUANTITATIVE BESTIMMUNG DES FREIEN FORMALDEHYDS**1. ANWENDUNGSBEREICH**

Die Methode beschreibt den qualitativen Nachweis und die quantitative Bestimmung des Formaldehyds in allen kosmetischen Erzeugnissen; sie umfaßt drei Teile:

1.1. Nachweis**1.2. Bestimmung der Gesamtmenge durch Kolorimetrie mit Pentan-2,4-Dion (Acetylaceton):**

Diese Methode ist anwendbar, wenn das Formaldehyd einzeln oder mit anderen Konservierungsstoffen, die kein Formaldehyd abspalten, verwendet wird.

Im gegenteiligen Fall und falls das Ergebnis die im Fertigerzeugnis zulässige Höchstkonzentration übersteigt, ist die folgende Methode zur Bestätigung anzuwenden:

1.3. Quantitative Bestimmung bei Anwesenheit von Formaldehyd-bspaltenden Stoffen:

Zunächst ist das freie Formaldehyd vom gebundenen oder polymerisierten Formaldehyd durch Flüssigkeitschromatografie zu trennen. Anschließend ist die Menge nach der vorstehend beschriebenen Methode durch Kolorimetrie zu bestimmen.

2. BEGRIFFSBESTIMMUNG

Der nach dieser Methode bestimmte Gehalt der Probe an freiem Formaldehyd, ist in Prozent (m/m) anzugeben.

3. NACHWEIS DES FREIEN UND GEBUNDENEN FORMALDEHYDS**3.1. Prinzip**

Freies und gebundenes Formaldehyd ergeben in schwefelsaurem Milieu in Anwesenheit von Schiff's-Reagenz eine rosa oder lila Färbung.

3.2. Reagenzien

Es sind analysenreine Reagenzien zu verwenden.

3.2.1. Fuchsin**3.2.2. Natriumsulfithydrat mit 7 H₂O****3.2.3. Konzentrierte Chlorwasserstoffsäure (d = 1,19)****3.2.4. Schwefelsäure, etwa 2 n****3.2.5. Schiff's-Reagenz**

In ein Becherglas 100 mg Fuchsin (3.2.1) einwiegen und mit 75 ml auf 80 °C erwärmtem Wasser auflösen. Nach dem Abkühlen 2,5 g Natriumsulfit (3.2.2) und 1,5 ml Chlorwasserstoffsäure (3.2.3) hinzugeben, auf 100 ml auffüllen. Aufbewahrung 2 Wochen.

3.3. Durchführung**3.3.1. In ein 10ml-Becherglas ca. 2 g der Probe einfüllen.****3.3.2. Zwei Tropfen H₂SO₄ (3.2.4) und 2 ml Schiff's-Reagenz (3.2.5) hinzufügen. Dieses Reagenz muß zum Zeitpunkt der Anwendung absolut farblos sein. Schütteln, 5 Minuten stehenlassen.****3.3.3. Wird nach 5 Minuten eine rosa oder lila Färbung festgestellt, so liegt die enthaltene Formaldehydmenge über 0,01 %.**

Das freie und gebundene Formaldehyd ist nach Punkt 4 und, wenn nötig, nach Punkt 5 quantitativ zu bestimmen.

4. BESTIMMUNG DER GESAMTMENGE DURCH KOLORIMETRIE MIT PENTAN-2,4-DION (ACETYLACETON)**4.1. Prinzip**

Das Formaldehyd reagiert mit Pentan-2,4-dion in Anwesenheit von Ammoniumacetat unter Bildung von 3,5-Diacetyl-1,4-Dihydrolutidin. Dieses ist mit 1-Butanol zu extrahieren und die Absorption bei 410 nm zu messen.

4.2. Reagenzien

Es sind analysenreine Reagenzien zu verwenden.

- 4.2.1. Ammoniumacetat, wasserfrei
- 4.2.2. Konzentrierte Essigsäure
- 4.2.3. Frisch unter vermindertem Druck 25 mm Hg₂₅^o destilliertes Pentan-2,4-dion (Acetylaceton), das bei 410 nm keinerlei Absorption ergeben darf.
- 4.2.4. 1-Butanol
- 4.2.5. n-Chlorwasserstoffsäure
- 4.2.6. Chlorwasserstoffsäure, etwa 0,1 n
- 4.2.7. n-Natriumhydroxid
- 4.2.8. Stärkelösung, frisch hergestellt nach Ph. Eur., (1 g/50 ml Wasser). Zweite Ausgabe 1980, Teil I-VII-1-1.
- 4.2.9. Formaldehyd, 37-40 %ig
- 4.2.10. 0,1-n-Jodlösung (genau eingestellt).
- 4.2.11. 0,1-n-Natriumthiosulfatlösung (genau eingestellt).
- 4.2.12. *Acetylaceton-Reagenz*
In einem 1 000-ml Meßkolben lösen :
— 150 g Ammoniumacetat (4.2.1),
— 2 ml Acetylaceton (4.2.3),
— 3 ml Essigsäure (4.2.2).
Mit Wasser (pH der Lösung etwa 6,4) auf 1 000 ml auffüllen.
Dieses Reagenz ist stets frisch herzustellen.
- 4.2.13. Reagenz (4.2.12) ohne Acetylaceton.
- 4.2.14. *Formaldehyd-Stammlösung*
In eine 1 000 ml-Meßflasche 5 g Formaldehyd (4.2.9) eingeben und auf 1 000 ml auffüllen.
Bestimmung des Gehalts dieser Lösung: Hierzu 10,00 ml entnehmen, 25,00 ml eingestellter Jodlösung (4.2.10) und 10 ml Natriumhydroxidlösung (4.2.7) hinzugeben.
5 Minuten stehenlassen.
11 ml n-HCL (4.2.5) sowie eine Stärkelösung als Indikator hinzugeben und den Überschuß der Jodlösung mittels eingestellter Natriumthiosulfatlösung (4.2.11) titrieren.
Der Verbrauch von 1 ml 0,1-n-Jodlösung entspricht 1,5 ml HCHO.
- 4.2.15. *Formaldehyd-Vergleichslösung*
Mit entmineralisiertem Wasser zunächst eine Lösung 1:20 und hiervon eine Lösung 1:100 herstellen.
1 ml dieser Lösung enthält etwa 1 µg Formaldehyd.
Der genaue Gehalt ist zu berechnen.
- 4.3. **Geräte**
- 4.3.1. Übliches Laborgerät.
- 4.3.2. „Phasentrennungs“-Filter WHATMAN 1 PS (oder ein gleichwertiger Filter).
- 4.3.3. Zentrifuge.
- 4.3.4. Wasserbad, 60 °C.
- 4.3.5. Spektrophotometer.
- 4.3.6. 1-cm-Glasküvetten.
- 4.4. **Durchführung**
- 4.4.1. *Probelösung*
In einen 100-ml-Meßkolben auf 0,001 g genau eine Probenmenge (in g), die einer vermuteten Menge von etwa 150 µ HCHO entspricht, einwiegen. Mit entmineralisiertem Wasser auf 100 ml auffüllen (S-Lösung).
(Überprüfen, ob der pH nahe bei 6 liegt, sonst in Chlorwasserstoffsäurelösung (4.2.6) verdünnen).

In einen 50-ml-Erlenmeyerkolben mit der Pipette eingeben :

- 10,00 ml der S-Lösung,
- 5,00 ml Pentan-2,4-dion Reagenz (4.2.12), mit entmineralisiertem Wasser auf 30 ml auffüllen.

4.4.2. *Vergleichslösung*

Die eventuelle Interferenz einer Grundfärbung in der Versuchsprobe für den Versuch ist wie folgt zu beseitigen :

In einen 50-ml-Erlenmeyerkolben eingeben :

- 10,0 ml S-Lösung,
- 5,0 ml Reagenz (4.2.13), mit entmineralisiertem Wasser auf 30 ml auffüllen.

4.4.3. *Blindlösung*

In einen 50-ml-Erlenmeyerkolben eingeben : 5,0 ml Pentan-2,4-dion-Reagenz (4.2.12) und mit entmineralisiertem Wasser auf 30 ml auffüllen.

4.4.4. *Quantitative Bestimmung*

4.4.4.1. Die Erlenmeyerkolben nach 4.4.1, 4.4.2 und 4.4.3 schütteln und 10 Minuten lang in ein Wasserbad von 60 °C eintauchen. Zwei Minuten in einem Kühlbad abkühlen lassen.

4.4.4.2. Den Inhalt jeweils in einen 50-ml-Scheidetrichter, der genau 10 ml 1-Butanol (4.2.4) enthält, überführen.

Mit 3-5 ml Wasser nachspülen ; die Mischung genau 30 Sekunden kräftig schütteln, dann abtrennen.

4.4.4.3. Die Butanol-Phase über „Phasentrennungs“-Filter (4.3.2) in die Meßküvetten filtrieren.

Auch das Zentrifugieren (3 000 g, 5 Min. lang) ist möglich.

4.4.4.4. Die Absorption A_1 der Probenlösung nach (4.4.1) gegen den Extrakt der Vergleichslösung nach (4.4.2) bei 410 nm messen.

4.4.4.5. Entsprechend die Absorption A_2 der Blindlösung nach (4.4.3) gegen 1-Butanol messen.

Anmerkung : Sämtliche Arbeitsgänge sind innerhalb von 25 Minuten nach dem Eintauchen des Erlenmeyerkolbens in das 60 °C-Wasserbad durchzuführen.

4.4.5. *Eichkurve*

4.4.5.1. In einen 50-ml-Erlenmeyerkolben eingeben :

- 5,00 ml der verdünnten Stammlösung (4.2.14),
- 5,00 ml Acetylaceton-Reagenz (4.2.12), mit entmineralisiertem Wasser auf 30 ml auffüllen.

4.4.5.2. Weiter nach (4.4.4.5) verfahren ; die Absorption gegen 1-Butanol (4.2.4) messen.

4.4.5.3. Das Verfahren mit 10, 15, 20, 25 ml verdünnter Stammlösung (4.2.14) wiederholen.

4.4.5.4. Den Nullwert (entsprechend der Färbung der Reagenzien) wie in (4.4.4.5) bestimmen.

4.4.5.5. Die Eichkurve nach Subtraktion des Null-Wertes von den Absorptionswerten nach (4.4.5.1) und (4.4.5.3) zeichnen. Das Beersche Gesetz gilt bis 30 µg Formaldehyd.

4.5. *Darstellung der Ergebnisse*

4.5.1. A_2 von A_1 abziehen und aus der Eichkurve (4.4.5.5) die in der Lösung (4.4.1) enthaltene und in µg Formaldehyd ausgedrückte Menge C ablesen.

4.5.2. Den Formaldehydgehalt der Probe (% m/m) nach folgender Formel berechnen :

$$\% \text{ HCHO} = \frac{C}{10^3 \cdot m}$$

m = Masse der Probenahme in g.

- 4.6. **Wiederholbarkeit** (1)
- Bei einem Formaldehydgehalt von 0,2 % darf die Differenz der Ergebnisse von zwei parallel durchgeführten quantitativen Bestimmungen 0,005 % bei der kolorimetrischen Methode mit Acetylaceton nicht überschreiten.
- Falls die Ergebnisse der quantitativen Bestimmung des freien Formaldehyds über den in der Richtlinie 76/768/EWG festgelegten Werten liegen, d. h.:
- zwischen 0,05 % und 0,2 % bei einem Produkt, bei dem der Formaldehydgehalt nicht auf dem Etikett angegeben ist,
 - über 0,2 % bei einem Produkt, bei dem der Formaldehydgehalt angegeben bzw. nicht angegeben ist,
- ist nach der unter Punkt 5. beschriebenen Methode zu verfahren.
5. **QUANTITATIVE BESTIMMUNG BEI ANWESENHEIT VON FORMALDEHYD-ABSPALTENDEN STOFFEN**
- 5.1. **Prinzip**
- Das freie Formaldehyd ist durch Hochleistungsflüssigkeitschromatographie abzutrennen. Um eine Spaltung der HCHO- abspaltenden Stoffe bei der Derivatisierung zu vermeiden, ist vorher eine Flüssigkeitschromatographie durchzuführen; das abgespaltene Formaldehyd ist durch Kettenreaktion mit dem Acetylaceton in einem Nach-Säulen-Reaktor in gelbes Lutidin-Derivat umzuwandeln; das entstandene Derivat ist durch Absorption bei 420 nm nachzuweisen.
- 5.2. **Reagenzien**
- Es sind analysenreine Reagenzien zu verwenden.
- 5.2.1. Baker-Wasser oder Wasser gleichwertiger Qualität.
 - 5.2.2. Ammoniumacetat, wasserfrei.
 - 5.2.3. Konzentrierte Essigsäure.
 - 5.2.4. Acetylaceton (bei 4 °C aufzubewahren).
 - 5.2.5. Dinatriumphosphat, wasserfrei.
 - 5.2.6. Orthophosphorsäure, 85 % (d = 1,7)
 - 5.2.7. Methanol, Spektrographie-Qualität.
 - 5.2.8. Dichlormethan, Spektrographie-Qualität.
 - 5.2.9. Formaldehyd, 37 - 40 %ig.
 - 5.2.10. n-Natriumhydroxid.
 - 5.2.11. n-Chlorwasserstoffsäure.
 - 5.2.12. 0,002-Chlorwasserstoffsäure.
 - 5.2.13. Stärkelösung.
 - 5.2.14. 0,1 n-Jodlösung (genau eingestellt).
 - 5.2.15. 0,1 n-Natriumthiosulfatlösung (genau eingestellt).
 - 5.2.16. *Mobile Phase:*
0,006 M Dinatriumphosphat (5.2.5) in wässriger Lösung auf pH 2,1 eingestellt mit Orthophosphorsäure (5.2.6).
 - 5.2.17. *Nach-Säulen-Reagenz*
In einem 1 000-ml-Meßkolben lösen :
— 62,6 g Ammoniumacetat (5.2.2),
— 7,5 ml Essigsäure (5.2.3),
— 5 ml Acetylaceton (5.2.4)
Mit Wasser (5.2.1) auf 1 000 ml auffüllen.
Unter Lichtabschluß aufbewahren.
Haltbarkeit : 3 Tage.
 - 5.2.18. *Formaldehyd-Stammlösung*
In eine 1 000-ml-Meßflasche 10 g Formaldehyd (5.2.9) eingeben und auf 1 000 ml auffüllen.
Bestimmung des Gehalts dieser Lösung : hierzu 5,00 ml entnehmen, 25 ml eingestellte Jodlösung (5.2.14) und 10 ml Natriumhydroxidlösung (5.2.10) hinzugeben.
Fünf Minuten stehenlassen.
11 ml n-HCL (5.2.11) sowie eine Stärkelösung als Indikator hinzugeben und den Überschuß der Jodlösung mittels Natriumthiosulfatlösung (5.2.15) titrieren.
Der Verbrauch von 1 ml 0,1-n-Jodlösung entspricht 1,5 mg Formaldehyd.

(1) Siehe ISO-Norm 5725.

- 5.2.19. *Formaldehyd-Vergleichslösung*
 Von der Stammlösung in der mobilen Phase (5.2.16) eine Lösung $1/100$ herstellen.
 1 ml dieser Lösung enthält etwa 37 μg Formaldehyd. Der genaue Gehalt ist zu berechnen.
- 5.3. **Geräte**
- 5.3.1. Übliches Laborgerät.
- 5.3.2. Eine pulsationsfreie HPLC-Pumpe (Applied Biosystems Pumpe, oder gleichwertige Pumpe)
- 5.3.3. Eine pulsationsfreie Niederdruckpumpe für das Reagenz (oder eine zweite HPLC-Pumpe, wie unter 5.3.2)
- 5.3.4. Ein Einspritzventil mit einer Schleife von 10 μl (Valco oder gleichwertiges Einspritzventil)
- 5.3.5. Ein nach-Säulen-Modul (Applied Biosystems PCRS 520 oder gleichwertiges Modul) mit einem 1-ml-Reaktor
 oder
 Ein 1-l-Kolben mit drei Rohransätzen RIN 3
 + 1-l-Kolbenheizgerät
 + zwei Vigreux-Kolonnen 10 Böden 2 RIN 3 (luftgekühlt)
 + rostfreies Rohr (für den thermischen Austausch) 1,6 mm - Innendurchmesser 0,23 mm, L = 400 mm
 + Teflonrohr 1,6 mm - Innendurchmesser 0,30 mm. L = 5 m (siehe Anlage 2)
 + 1 T-Stück ohne Totvolumen (Valco oder gleichwertiges T-Stück)
 + 3 UNION-Verbindungsstücke ohne Totvolumen.
- 5.3.6. Acrodisch $^{\text{R}}\text{CR}$ 0,45 μ Filter (Gelman oder gleichwertiger Filter)
- 5.3.7. SEP PAK $^{\text{R}}\text{C}_{18}$ -Hülse (Waters oder gleichwertige Hülse)
- 5.3.8. *Fertigsäulen:*
 — Bischoff hypersil RP 18 (Typ NC Bezugsnummer C 25.46 1805)
 (5 μ - L = 250 mm - Innendurchmesser = 4,6 mm)
 — oder Dupont, Zorbax ODS
 (5 μ - L = 250 mm - Innendurchmesser = 4,6 mm)
 — oder Phase SEP, sphérisorb ODS 2
 (5 μ - L = 250 mm - Innendurchmesser = 4,0 mm).
- 5.3.9. *Vorschaltssäule:*
 — Bischoff K $_{1}$ hypersil RP 18 (Bezugsnummer K1 G 6301 1805)
 5 μ - L = 10 mm, oder gleichwertig
- 5.3.10. Säule und Vorschaltssäule sind durch ein ECOTUBE-System (Bezugsnummer A 15020508 Bischoff) oder ein gleichwertiges System zu verbinden.
- 5.3.11. Der Aufbau erfolgt nach dem als Anlage 2 beigefügten Schema.
 Die Verbindungsstücke hinter dem Einspritzventil müssen so kurz wie möglich sein.
 Bei Verwendung von (5.3.6) dient das rostfreie Rohr zwischen Reaktorausgang und Detektoreingang zur Kühlung des Gemisches vor dem Nachweis.
 In diesem Fall ist die in dem Detektor herrschende Temperatur unbekannt aber konstant (Länge und Durchmesser des Rohres konstant, Durchfluß konstant, Temperatur oberhalb konstant 100 °C, konstante Raumtemperatur während der gesamten Zeit der quantitativen Bestimmung).
- 5.3.12. Detektor, UV, sichtbar.
- 5.3.13. Aufzeichnungsgerät.
- 5.3.14. Zentrifuge.
- 5.3.15. Ultraschall-Bad.
- 5.3.16. Vibrationsmischer (Typ Vortex oder gleichwertiger Vibrationsmischer).
- 5.4. **Durchführung**
- 5.4.1. *Eichkurve*
 Die Standardlösungen werden durch Verdünnung der Formaldehyd-Vergleichslösung (5.2.19) mit der mobilen Phase (5.2.16) hergestellt.
 — 1 ml der Standardlösung (5.2.18) verdünnt auf 20 ml (ungefähr 185 $\mu\text{g}/100$ ml),
 — 2 ml der Standardlösung (5.2.18) verdünnt auf 20 ml (ungefähr 370 $\mu\text{g}/100$ ml),
 — 5 ml der Standardlösung (5.2.18) verdünnt auf 25 ml (ungefähr 740 $\mu\text{g}/100$ ml),
 — 5 ml der Standardlösung (5.2.18) verdünnt auf 20 ml (ungefähr 925 $\mu\text{g}/100$ ml).
 Die Standardlösungen sind eine Stunde lang bei Labortemperatur aufzubewahren und müssen frisch hergestellt sein.
 Die Linearität der Eichkurve gilt für Konzentrationen von 1,0 bis 15 μg pro ml.

5.4.2. *Herstellung der Proben*

5.4.2.1. Emulsionen (Cremes, Grundierungen, Eyeliner)

In eine Stöpselflasche eine Masse (m) von ungefähr 0,001 g der Versuchsprobe (in g) einwiegen, die einer vermuteten Formaldehydmenge von ungefähr 100 µg entspricht.

20 ml Dichlormethan und 20 ml Chlorwasserstoffsäure (5.2.12) genau abgemessen hinzufügen.

Im Vibrationsmischer (5.3.16) und im Ultraschallbad (5.3.15) vermischen.

Die zwei Phasen durch Zentrifugieren (3 000 g in 2 min) trennen.

Eine Hülse (5.3.7) mit 2 ml Methanol (5.2.7) ausspülen, dann mit 5 ml Wasser (5.2.1) konditionieren.

4 ml der wässrigen Phase des Extraktes durch die Hülse (5.3.7) fließen lassen, die ersten zwei ml abgießen und den folgenden Teil auffangen.

5.4.2.2. *Lotionen, Shampoos*

Eine einer vermuteten Formaldehydmenge von ungefähr 500 µg entsprechende Masse (m/einer Probe für den Versuch in g) auf 0,001 g genau einwiegen.

Mit der mobilen Phase (5.2.16) auf 100 ml auffüllen.

Die Lösung durch einen Filter (5.3.6) filtrieren und durch eine Hülse (5.3.7), die wie oben vorbereitet wurde, einspritzen bzw. fließen lassen.

Alle Lösungen sind sofort nach der Zubereitung einzuspritzen.

5.4.3. *Bedingungen für die Chromatographie*

— Durchsatz der mobilen Phase : 1 ml pro Minute,

— Durchsatz des Reagens : 0,5 ml pro Minute,

— Gesamtdurchsatz am Ausgang des Detektors : 1,5 ml pro Minute,

— eingepriete Menge : 10 µl

— Eluierungstemperatur : bei schwierigen Trennvorgängen unbedingt 0 °C. Dazu die Säule in Eiswasser eintauchen : Temperaturausgleich abwarten,

— Temperatur bei der nach-Säulen-Reaktion : 100 °C

— Erfassung : 420 nm

Anmerkung : Das gesamte Chromatographie- und nach-Säulensystem ist nach Gebrauch mit Wasser auszuspülen. Wird das System mehr als zwei Tage nicht benutzt, ist nach dieser Spülung eine Spülung mit Methanol vorzunehmen. Vor einer erneuten Konditionierung des Systems ist mit Wasser zu spülen, um Rekristallisierungen zu vermeiden.

5.5. **Berechnung**

Emulsionen :

Formaldehydgehalt in % (m/m) :

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

m = Masse der für die Untersuchung eingesetzten Probemenge in Gramm (5.4.2.1),

C = aus der Eichkurve (5.4.1) abgelesener Formaldehydgehalt in µg/100 ml.

Lotionen, Shampoos :

Es gilt folgende Formel :

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

5.6. **Wiederholbarkeit (1)**

Bei einem Formaldehydgehalt von 0,05 % darf die Differenz der Ergebnisse von zwei parallel durchgeführten quantitativen Bestimmungen derselben Probemenge 0,001 % nicht überschreiten. Bei einem Formaldehydgehalt von 0,2 % darf die Differenz der Ergebnisse von zwei parallel durchgeführten quantitativen Bestimmungen derselben Probemenge 0,005 % nicht überschreiten.

(1) Siehe ISO-Norm 5725.

*Anlage 1***ANFERTIGUNG DER „SCHLANGE“****ZUBEHÖR FÜR DIE HERSTELLUNG DER „SCHLANGE“**

— 1 Holzspule :

Außendurchmesser : 5 cm, in der Mitte wird ein 1,5 cm großes Loch gebohrt. Vier Stahlspitzen werden in gleichmäßigen Abständen angebracht (siehe Schema der Spule Abbildung 1 und Abbildung 2). Abstand zwischen zwei Spitzen : 1,8 cm ; Abstand vom Mittelloch : 0,5 cm,

— 1 feste Nadel (Typ Häkelnadel) zur Herstellung der Schlaufen aus dem Teflon-Rohr,

— Teflon-Rohr 1,6 mm — Innendurchmesser 0,3 mm — Länge : 5 Meter.

HERSTELLUNG DER „SCHLANGE“

Zu Beginn wird das Teflon-Rohr von oben nach unten in das Mittelloch der Spule geführt (dabei ca. 10 cm des Rohres auf der unteren Seite heraushängen lassen, so daß sich die Kordel während der Herstellung leicht nach unten ziehen läßt), dann für die erste Runde das Rohr um jede der vier Spitzen wickeln (siehe Abbildung 3).

Am Eingang und am Ausgang des Gerätes werden Zwingen und Kompressionsschrauben angebracht, es ist darauf zu achten, daß das Teflon beim Umwickeln nicht beschädigt wird.

Ab der zweiten Reihe wird das Rohr außen um jede Spitze gelegt und dann wie folgt eine Schlaufe gebildet : Mit Hilfe der festen Nadel (siehe Abbildung 4) das Rohr der unteren Reihe über das Rohr der oberen Reihe heben.

Dieser Vorgang ist an jeder der Spitzen unter Einhaltung der Reihenfolge 1 — 2 — 3 — 4 bis zu einer Kordellänge von 5 Metern bzw. bis zur gewünschten Länge zu wiederholen.

Etwa 10 cm des Rohres werden zum Abschluß der Kordel benötigt. Das Rohr durch jede der 4 Schlaufen führen und zum Abschluß der Kordel leicht zusammenziehen.

Spule

Abbildung 1

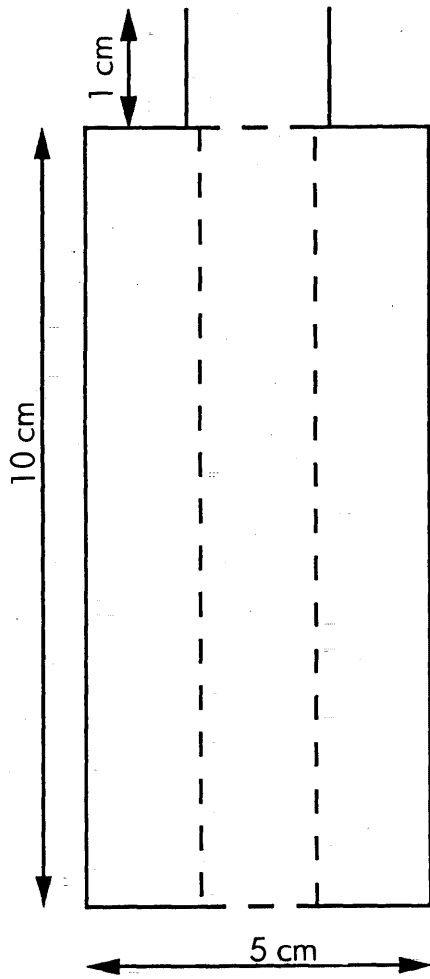


Abbildung 2

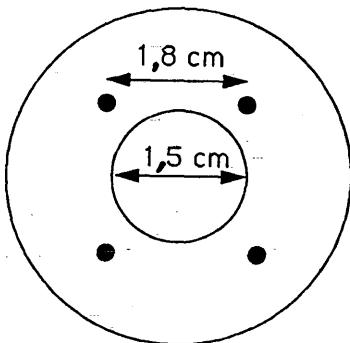
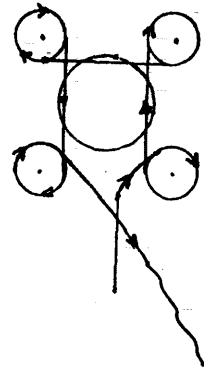
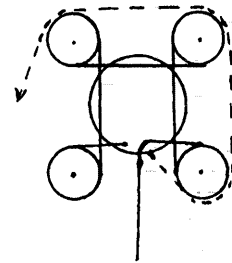


Abbildung 3



1. Reihe

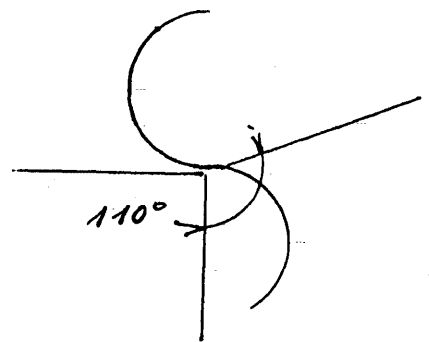
Abbildung 4



2. Reihe

Für die Schlaufe den unteren Schlauch (durchgezogene Linie) über den oberen Schlauch (gestrichelte Linie) heben.

Abbildung 5



Anlage 2

- 1 = HPLC-Pumpe (5.3.2.)
- 2 = Einspritzventil (5.3.4.)
- 3 = Säule mit Vorsäule
- 4 = Reagenz-Pumpe (5.3.3.)
- 5 = T-Stück ohne Totvolumen
- 5' = T-Stück (Vortex)
- 6-6' = Union-Verbindungsstück ohne Totvolumen
- 7 = Strickschlauch
- 7' = Reaktor
- 8 = Dreihalskolben mit siedendem Wasser
- 9 = Kolbenheizgerät
- 10 = Kühler
- 11 = Edelstahlkapillare — Wärmeaustauscher
- 11' = Wärmeaustauscher
- 12 = Detektor UV/VIS
- 13 = Nachsäulen-Modul PCRS 520

