

DIN EN 16344

ICS 71.100.70

**Kosmetische Mittel –
Untersuchung von kosmetischen Mitteln –
Screening und quantitative Bestimmung von 10 UV-Filtern in
Sonnenschutzmitteln, HPLC-Verfahren;
Deutsche Fassung EN 16344:2013**

Cosmetics –
Analysis of cosmetic products –
Screening for UV-filters in cosmetic products and quantitative determination of 10
UV-filters by HPLC;
German version EN 16344:2013

Cosmétiques –
Analyse des produits cosmétiques –
Détection des filtres UV dans les produits cosmétiques et détermination quantitative de 10
filtres UV par CLHP;
Version allemande EN 16344:2013

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16344:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-07-01 AA „Kosmetische Mittel“ im Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN.

Deutsche Fassung

Kosmetische Mittel —
Untersuchung von kosmetischen Mitteln - Screening und
quantitative Bestimmung von 10 UV-Filtern in
Sonnenschutzmitteln, HPLC-Verfahren

Cosmetics —
Analysis of cosmetic products —
Screening for UV-filters in cosmetic products and
quantitative determination of 10 UV-filters by HPLC.

Cosmétiques —
Analyse des produits cosmétiques —
Détection des filtres UV dans les produits cosmétiques et
détermination quantitative de 10 filtres UV par CLHP

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 29. Mai 2013 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Begriffe	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	6
5 Geräte und Hilfsmittel	11
6 Probenahme	11
7 Durchführung	12
8 Auswertung	14
9 Untersuchungsbericht	15
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	16
Anhang B (informativ) Proben-Chromatogramm 1	23
Anhang C (informativ) Proben-Chromatogramm 2	25
Literaturhinweise	26

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16344:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2014 und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2014 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Es wird auf den entsprechenden Anhang der Verordnung (EG) Nr 1223/2009 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 30. November 2009 über kosmetische Mittel verwiesen:

Anhang VI: Liste der in kosmetischen Mitteln zugelassenen UV-Filter.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Multi-Screening-Verfahren unter Anwendung der Umkehrphasen-HPLC zum Nachweis von in der Kosmetik Verordnung aufgelisteten UV-Filtern fest. Das Verfahren ist auf die quantitative Bestimmung von 10 UV-Filtern anwendbar, die vorwiegend in emulsionsbasierten kosmetischen Produkten und Sonnenschutzsprays eingesetzt werden, insbesondere in Bezug auf die in der Kosmetik Verordnung aufgelistete Höchstkonzentration.

Weitere Analysenverfahren zur qualitativen und quantitativen Bestimmung von UV-Filtern dürfen eingesetzt werden, sofern sie zu vergleichbaren Ergebnissen führen.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gilt der folgende Begriff.

2.1

UV-Filter

organische chemische Verbindungen, die ultraviolette Licht absorbieren, und anorganische Substanzen, die UV-Licht reflektieren, streuen und absorbieren

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei den von diesem Verfahren abgedeckten UV-Filtern und UV-Absorbern handelt es sich ausschließlich um organische chemische Verbindungen, die in Sonnenschutzmitteln eingesetzt werden, um die Haut gegen UV-Strahlung zu schützen.

3 Kurzbeschreibung

Die UV-Filter werden mithilfe eines Aceton/Methanol-Gemisches extrahiert. Für den qualitativen Nachweis der aufgelisteten UV-Filter und die quantitative Bestimmung der 10 validierten UV-Filter wird die Umkehrphasen-HPLC mit UV-(DAD-)Detektion angewendet. Das Verfahren ist nach einer ordnungsgemäßen Validierung auch auf die quantitative Bestimmung der weiteren aufgelisteten UV-Filter anwendbar.

Für die quantitative Bestimmung von Proben, die die folgenden UV-Filter enthalten, sind zusätzliche Extraktionsverfahren und Bestimmungen erforderlich:

- Terephthalylidendicampher Sulfonsäure (TDSA) und Phenylidibenzimidazoltetrasulfonat, Dinatriumsalz (DPDT) werden zusätzlich mit einer methanolisch-wässrigen Natriumhydroxid-Lösung extrahiert.
- Methylen-bis-benzotriazolyltetramethylbutylphenol (MBBT) und bis-Ethylhexyloxyphenolmethoxy-phenyltriazin (BEMT) werden zusätzlich mit einem Tetrahydrofuran/Aceton-Gemisch extrahiert.

Bei ungenügender Peakform wird Butylmethoxydibenzoylmethan (BMDM) zusätzlich mit einem Aceton/Methanol/EDTA-Gemisch extrahiert.

Die quantitative Bestimmung erfolgt mithilfe der RP-HPLC mit UV (DAD). Die UV-Spektren werden mit den Referenzspektren in einer Datenbank verglichen.

Die Konzentration jedes nach diesem Verfahren bestimmten UV-Filters wird in g/100 g angegeben.

Diese Methode wurde in einem Ringversuch an einer spezifischen Matrix kosmetischer Mittel (siehe Anhang A) geprüft. Der Anwender sollte die Durchführung der Methode in seinem Laboratorium für jede verschiedene Matrix nachweisen und ein besonderes Augenmerk auf die empfohlenen Grundlagen der Qualitätskontrolle legen.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeines

Sofern nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden. Das Wasser muss destilliert oder von geeigneter Reinheit sein. Unter einer „Lösung“ ist, sofern nicht anders festgelegt, eine wässrige Lösung zu verstehen.

4.2 Methanol (MeOH), HPLC-Qualität.

4.3 Aceton, HPLC-Qualität.

4.4 Tetrahydrofuran (THF), HPLC-Qualität.

4.5 Ammoniaklösung, Massenanteil $\omega = 25$ g/100 g.

4.6 Natriumhydroxid-Lösung, Stoffmengenkonzentration $c = 1$ mol/l.

4.7 Ethylendiamintetraessigsäure-di-Natriumsalz (EDTA), Dihydrat ($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), CAS-Nr: 6381-92-6, Reinheit > 99 %).

4.8 EDTA-Lösung

1,8 g des Ethylendiamintetraessigsäure-di-Natriumsalzes, Dihydrat (4.7) in einen 100-ml-Messkolben einwiegen und mit Wasser bis zur Kalibriermarke auffüllen.

4.9 Ethanol, HPLC-Qualität.

4.10 Lauryltrimethylammoniumbromid (LTAB, Synonym: Dodecyltrimethylammoniumbromid, CAS-Nr: 1119-94-4); HPLC-Qualität, sofern möglich (Reinheit ≥ 98 %).

4.11 Ammoniumbromid (CAS-Nr: 12124-97-9, Reinheit ≥ 99 %).

4.12 Referenzsubstanzen

Tabelle 1 — Polare UV-Filter (Kalibrierlösung in Methanol)

	EU ^a	Abkürzung	INCI ^b und weitere gebräuchliche Bezeichnungen
4.12.1	A2	CBM	Camphor Benzalkonium Methosulfat, CAS-Nr 52793-97-2
4.12.2	A6	PBSA	Phenylbenzimidazol Sulfonsäure (2-Phenylbenzimidazol-5-sulfonsäure), CAS-Nr: 27503-81-7
4.12.3	A7	TDSA	Terephthalylidendicampher Sulfonsäure, CAS-Nr: 90457-82-2, als Triethanolaminsalz vorliegend (relative Molekülmasse $m = 860$ g/mol), freie Säure (relative Molekülmasse $m = 562$ g/mol)
4.12.4	A22	B-4/5	Benzophenon-4/5 (2-Hydroxy-4-methoxybenzophenon-5-sulfonsäure, Sulisobenzon), CAS-Nr: 4065-45-6
4.12.5	A24	DPDT	Phenyldibenzimidazoltetrasulfonat, Dinatriumsalz, CAS-Nr: 180898-37-7
4.12.6	A28	DHHB	Diethylaminohydroxybenzoylhexylbenzoat, CAS-Nr: 302776-68-7
^a EU = Seriennummer nach Anhang VI der Verordnung (EG) Nr 1223/2009.			
^b INCI = Internationale Nomenklatur für kosmetische Inhaltsstoffe.			

Tabelle 2 — Mittelpolare UV-Filter (Kalibrierlösung in Methanol/Aceton-Gemisch (1:1))

	EU ^a	Abkürzung ^b	INCI und weitere gebräuchliche Bezeichnungen
4.12.7	A4	B-3	Benzophenon-3 (Oxybenzon, 2-Hydroxy-4-methoxybenzophenon), CAS-Nr: 131-57-7
4.12.8	A10	OC	Octocrylen (2-Ethylhexyl-2-cyano-3,3-diphenylacrylat), CAS-Nr: 6197-30-4
4.12.9	A12	EHMC	Ethylhexylmethoxycinnamat (Octylmethoxycinnamat), CAS-Nr: 5466-77-3
4.12.10	A14	IMC	Isoamyl-p-Methoxycinnamat, CAS-Nr: 71617-10-2
4.12.11	A18	MBC	4-Methylbenzylidencampher (3-(4'-Methylbenzyliden)-dl-campher), CAS-Nr: 36861-47-9
4.12.12	A19	3-BC	3-Benzylidencampher, CAS-Nr: 15087-24-8
4.12.13	A21	EHDP	Ethylhexyldimethyl PABA (2-Ethylhexyl-4-(dimethylamino)benzoat), CAS-Nr: 21245-02-3
^a EU = Seriennummer nach Anhang VI der Verordnung (EG) Nr 1223/2009. ^b INCI = Internationale Nomenklatur für kosmetische Inhaltsstoffe.			

Tabelle 3 — Unpolare UV-Filter (Kalibrierlösung in THF)

	EU ^a	Abkürzung	INCI ^b und weitere gebräuchliche Bezeichnungen
4.12.14	A3	HMS	Homosalat (3,3,5-Trimethylcyclohexyl-2-hydroxybenzoat), CAS-Nr: 118-56-9
4.12.15	A8	BMDM	Butylmethoxydibenzoylmethan (4- <i>tert.</i> -Butyl-4'-methoxy-dibenzoylmethan), CAS-Nr: 70356-09-1
4.12.16	A15	EHT	Ethylhexyltriazon (Octyltriazon), CAS-Nr: 88122-99-0
4.12.17	A16	DTS	Drometrisoltrisiloxan (2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4-methyl-6-(2-methyl-3-(1,3,3,3-tetramethyl-1-(trimethyl silyl)-oxy)-disiloxanyl)-propyl)-phenol), CAS-Nr: 155633-54-8
4.12.18	A17	DEBT	Diethylhexylbutamidotriazon, CAS-Nr: 154702-15-5
4.12.19	A20	EHS	Ethylhexylsalicylat (2-Ethylhexylsalicylat), CAS-Nr: 118-60-5
4.12.20	A23	MBBT	Methylen-bis-benzotriazolyltetramethylbutylphenol, CAS-Nr: 103597-45-1
4.12.21	A25	BEMT	bis-Ethylhexyloxyphenolmethoxyphenyltriazin (Anisotriazin), CAS-Nr: 187393-00-6
^a EU = Seriennummer nach Anhang VI der Verordnung (EG) Nr 1223/2009. ^b INCI = Internationale Nomenklatur für kosmetische Inhaltsstoffe.			