

II

(Besluiten waarvan de publikatie niet voorwaarde is voor de toepassing)

COMMISSIE

RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE

van 4 april 1990

tot wijziging van de Tweede Richtlijn 82/434/EEG betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake analysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetische produkten te controleren

(90/207/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE
GEMEENSCHAPPEN,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

Gezien het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Hoofdstuk IV van de bijlage bij Richtlijn 82/434/EEG wordt vervangen door de tekst van de bijlage bij de onderhavige richtlijn.

Artikel 2

Overwegende dat in de Tweede Richtlijn 82/434/EEG van de Commissie van 14 mei 1982 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake analysemethoden die moeten worden toegepast om de samenstelling van cosmetische produkten te controleren ⁽¹⁾ een gemeenschappelijke analysemethode is vastgesteld voor de identificatie en de dosering van vrij formaldehyde;

De Lid-Staten doen uiterlijk op 31 december 1990 de nodige wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden om aan deze richtlijn te voldoen. Zij stellen de Commissie daarvan onverwijld in kennis.

In de in de eerste alinea genoemde bepalingen wordt uitdrukkelijk naar deze richtlijn verwezen.

Artikel 3

Overwegende dat het in verband met nieuwe wetenschappelijke en technische gegevens noodzakelijk is gebleken deze analysemethode te wijzigen;

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 4 april 1990.

Overwegende dat de in deze richtlijn genoemde maatregelen overeenstemmen met het advies van het Comité voor de aanpassing aan de technische vooruitgang van de richtlijnen houdende opheffing van de technische handelsbelemmeringen in de sector cosmetische produkten,

Voor de Commissie

Karel VAN MIERT

Lid van de Commissie

⁽¹⁾ PB nr. L 185 van 30. 6. 1982, blz. 1.

BIJLAGE

„IV. DE IDENTIFICATIE EN BEPALING VAN VRIJ FORMALDEHYDE

1. DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode beschrijft de identificatie en twee kwantitatieve bepalingen van vrij formaldehyde. De toepasbaarheid van de bepalingsmethoden hangt af van het aan- dan wel afwezig zijn van formaldehydedonoren. De methode kan worden toegepast op alle cosmetische produkten.

1.1. Identificatie

1.2. Colorimetrische bepaling met acetylaceton

Deze methode kan worden toegepast wanneer alleen formaldehyde wordt gebruikt, of wanneer formaldehyde wordt gebruikt in combinatie met andere verbindingen, die geen formaldehyde afsplitsen.

Indien dit niet het geval is, en wanneer het resultaat hoger ligt dan de maximaal in het eindproduct toegelaten concentratie, wordt ter bevestiging de volgende methode (1.3) gebruikt.

1.3. Bepaling bij aanwezigheid van formaldehydedonoren

In de hiervoor beschreven methode (1.2) splitsen formaldehydedonoren tijdens de bepaling formaldehyde af, hetgeen tot te hoge waarden leidt (vrij plus gebonden formaldehyde).

Daarom moet het vrije formaldehyde door middel van HPLC worden gescheiden.

2. DEFINITIE

Het volgens deze methode bepaalde vrije formaldehydegehalte wordt uitgedrukt in massapercenten (m/m) van de waar.

3. IDENTIFICATIE

3.1. Principe

Vrij en gebonden formaldehyde geeft met Schiff's reagens, in aanwezigheid van zwavelzuur, een roze of paarse kleur.

3.2. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn. Het gebruikte water moet gedeïoniseerd zijn.

3.2.1. Fuchsine

3.2.2. Natriumsulfiet, $7H_2O$ 3.2.3. Geconcentreerd zoutzuur ($d = 1,19$)

3.2.4. Zwavelzuur, 1M

3.2.5. Schiff's reagens

Weeg 100 mg fuchsine (3.2.1) in een bekglas en los op in 75 ml water van 80 °C. Voeg na afkoelen 2,5 g natriumsulfiet (3.2.2) en 1,5 ml zoutzuur (3.2.3) toe. Vul aan tot 100 ml met water.

Houdbaarheid: 2 weken.

3.3. Werkwijze

3.3.1. Breng ongeveer 2 g monster in een bekglas van 10 ml.

3.3.2. Voeg 2 druppels zwavelzuur, 1M (3.2.4) en 2 ml Schiff's reagens (3.2.5) toe. Het reagens moet vóór toevoeging absoluut kleurloos zijn.

Meng door schudden en laat het mengsel vijf minuten staan.

3.3.3. Indien binnen 5 minuten een roze of paarsroze kleur wordt waargenomen, is de aanwezige hoeveelheid formaldehyde groter dan 0,01 %. In dat geval wordt de hoeveelheid vrij en gebonden formaldehyde kwantitatief bepaald volgens (4) en zo nodig (5).

4. COLORIMETRISCHE BEPALING MET ACETYLACETON

4.1. Principe

Formaldehyde reageert in aanwezigheid van ammoniumacetaat met acetylaceton, waarbij 3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutidine ontstaat. Dit wordt geëxtraheerd met 1-butanol, waarna de absorptie bij 410 nm wordt gemeten.

4.2. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn.

Het gebruikte water moet gedeïoniseerd zijn.

4.2.1. Ammoniumacetaat, watervrij

4.2.2. Ijsazijn, $d_{20}^{24} = 1,05$

4.2.3. Acetylaceton, vers gedistilleerd onder verminderde druk, 25 mm Hg 25°; het te gebruiken reagens mag geen absorptie vertonen bij 410 nm.

4.2.4. 1-Butanol

4.2.5. Zoutzuur, 1 M

4.2.6. Zoutzuur, ongeveer 0,1 M

4.2.7. Natriumhydroxide, 1 M

4.2.8. Zetmeeloplossing, 2 % suspensie in water, vers bereid volgens Europese Farmacopee, 2e editie 1980, deel I-VII-1-1 (1 g/50 ml water)

4.2.9. Formaldehyde, 37-40 % oplossing in water

4.2.10. Gestelde oplossing van jodium, 0,05 M

4.2.11. Gestelde oplossing van natriumthiosulfaat, 0,1 M

4.2.12. *Acetylaceton-reagens*

Los in een maatkolf van 1 000 ml op:

— 150 g ammoniumacetaat (4.2.1),

— 2 ml acetylaceton (4.2.3),

— 3 ml azijnzuur (4.2.2).

Vul aan tot 1 000 ml met water (de pH van de oplossing is ongeveer 6,4).

Dit reagens moet vers worden bereid.

4.2.13. Reagens (4.2.12) zonder acetylaceton

4.2.14. *Formaldehyde-standaardoplossing: stamoplossing*

Breng in een maatkolf van 1000 ml 5 g formaldehyde (4.2.9) en vul aan met water tot 1000 ml.

Bepaal de titer van de stamoplossing als volgt:

Pipetteer 10,00 ml van de oplossing en voeg 25,00 ml van de gestelde joodoplossing (4.2.10) en 10 ml van de natriumhydroxideoplossing 1 M (4.2.7) toe.

Meng en laat het mengsel vijf minuten staan.

Zuur aan met 11 ml HCL 1M (4.2.5) en titreer de overmaat jood met een gestelde natriumthiosulfaatoplossing (4.2.11) met behulp van een zetmeeloplossing (4.2.10) als indicator.

1 ml jood-oplossing is equivalent met 1,5 mg formaldehyde.

4.2.15. *Formaldehyde-standaardoplossing: verdunde oplossing*

De stamoplossing wordt met gedeïoniseerd water twintigmaal verdund en deze oplossing wordt vervolgens honderdmaal met water verdund.

1 ml van deze oplossing bevat ongeveer 1 µg formaldehyde.

Bereken het exacte gehalte.

4.3. Apparatuur

4.3.1. Gebruikelijke laboratoriumuitrusting en:

4.3.2. „Fasescheiding”-filter, Whatman 1 PS (of gelijkwaardig)

4.3.3. Centrifuge

4.3.4. Waterbad, ingesteld op 60 °C

4.3.5. Spectrofotometer

4.3.6. Glascuvetten met een optische weglengte van 1 cm

4.4. Werkwijze

4.4.1. *Monsteroplossing*

Weeg in een maatkolf van 100,00 ml tot op 0,001 g nauwkeurig een hoeveelheid monster, die overeenkomt met ongeveer 150 µg formaldehyde.

Vul aan met water tot 100,00 ml en meng (oplossing S).

(Ga na of de pH ongeveer 6 is. Bereid, wanneer dit niet het geval is, de bovengenoemde oplossing met zoutzuuroplossing (4.2.6) in plaats van water).

Breng in een erlenmeyer van 50 ml :

- 10,00 ml oplossing S,
- 5,00 ml acetylacetonreagens (4.2.12).

Voeg water toe tot 30 ml.

4.4.2. *Referentieoplossing*

Eventuele storing door een achtergrondkleuring in het monster wordt als volgt geëlimineerd :

Pipetteer in een erlenmeyer van 50 ml :

- 10,00 ml oplossing S,
- 5,00 ml reagens zonder acetylaceton (4.2.13).

Voeg water toe tot 30 ml.

4.4.3. *Blanco-oplossing*

Pipetteer in een erlenmeyer van 50 ml :

5,0 ml acetylacetonreagens (4.2.12).

Voeg water toe tot 30 ml.

4.4.4. *Gehaltebepaling*

4.4.4.1. Schud de volgens 4.4.1, 4.4.2 en 4.4.3 bereide oplossingen en zet ze daarna gedurende exact 10 minuten in een waterbad van 60 °C. Koel vervolgens gedurende twee minuten af in een ijsbad.

4.4.4.2. Breng de vloeistoffen over in scheitrechters van 50 ml, die 10,00 ml 1-Butanol (4.2.4) bevatten. Spoel de erlenmeyers na met 3 tot 5 ml water en schud de mengsels in de scheitrechters krachtig gedurende exact 30 seconden. Laat de fasen vervolgens scheiden.

4.4.4.3. Filtreer de butanol-fases door een „fasescheiding”-filter (4.3.2) in cuvetten (4.3.6). De scheiding kan ook door centrifugeren (3 000 g gedurende vijf minuten) bewerkstelligd worden.

4.4.4.4. Meet de absorptie bij 410 nm (A_1) van de monsteroplossing (4.4.1) tegen de referentieoplossing (4.4.2).

4.4.4.5. Meet op dezelfde wijze de absorptie bij 410 nm (A_2) van de blanco-oplossing (4.4.3) tegen 1 butanol.

NB: Al deze bewerkingen moeten worden uitgevoerd binnen 25 minuten nadat de erlenmeyers in het waterbad van 60 °C zijn geplaatst.

4.4.5. *Ijckurve*

4.4.5.1. Pipetteer in een erlenmeyer van 50 ml :

- 5,00 ml standaardoplossing (4.2.15),
- 5,00 ml acetylacetonreagens (4.2.12).

Vul aan met water tot een eindvolume van 30 ml.

4.4.5.2. Vervolg zoals onder 4.4.4 beschreven en meet de absorptie bij 410 nm tegen 1-butanol (4.2.4).

4.4.5.3. Herhaal deze procedure met 10,00, 15,00, 20,00 en 25,00 ml verdunde standaardoplossing (4.2.15).

4.4.5.4. Voer om de waarde van de blanco (overeenkomend met de kleuring door de reagentia) te verkrijgen de procedure zoals beschreven onder 4.4.4.5 uit.

4.4.5.5. Teken de ijckurve, nadat van elk van de onder de punten 4.4.5.1 en 4.4.5.3 verkregen absorptiewaarden de blancowaarde is afgetrokken. De wet van De Beer is geldig tot 30 µg formaldehyde.

4.5. *Berekening*

4.5.1. Trek A_2 van A_1 af en lees uit de ijckurve (4.4.5.5) de hoeveelheid C af, uitgedrukt in microgram formaldehyde in de monsteroplossing (4.4.1).

4.5.2. Het gehalte aan formaldehyde in het monster (% m/m) wordt berekend met de formule :

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

waarin :

m = massa in g van het monster.

4.6. Herhaalbaarheid (1)

Bij een formaldehydegehalte van 0,2 % mag het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen van hetzelfde monster, gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden, bij de colorimetrische bepaling met acetylaceton niet hoger zijn dan 0,005 %.

Als bij de bepaling van vrij formaldehyde resultaten worden verkregen die hoger zijn dan de waarden in Richtlijn 76/768/EEG, namelijk :

- a) tussen 0,05 % en 0,2 % bij een niet geëtiketteerd produkt,
 - b) hoger dan 0,2 % bij een al dan niet geëtiketteerd produkt,
- moet de in punt 5 beschreven methode worden uitgevoerd.

5. BEPALING VOOR HET GEVAL DAT FORMALDEHYDEDONOREN AANWEZIG ZIJN**5.1. Principe**

Formaldehyde wordt middels HPLC van andere componenten gescheiden en in een post-column reactor door reactie met acetylaceton omgezet in een lutidinederivaat. Het gevormde derivaat wordt bepaald via meting van de absorptie bij 420 nm.

5.2. Reagentia

Alle reagentia moeten van analytische kwaliteit zijn. Het gebruikte water moet gedeïoniseerd zijn.

5.2.1. Water, geschikt voor HPLC

5.2.2. Ammoniumacetaat, anh.

5.2.3. Ijsazijn

5.2.4. Acetylaceton (bewaren bij 4 °C)

5.2.5. Dinatriumfosfaat, watervrij

5.2.6. Orthofosforzuur, 85 % (d = 1,7)

5.2.7. Methanol

5.2.8. Dichloormethaan

5.2.9. Formaldehyde, 37 - 40 % oplossing in water

5.2.10. Natriumhydroxide, 1 M

5.2.11. Zoutzuur, 1 M

5.2.12. Zoutzuur, 0,002 M

5.2.13. Zetmeeloplossing, vers bereid volgens de Europese Farmacopee

5.2.14. Gestelde oplossing van jodium, 0,05 M

5.2.15. Gestelde oplossing van natriumthiosulfaat, 0,1 M

5.2.16. *Mobiele fase*

0,006 M dinatriumfosfaat (5.2.5) oplossing in water (5.2.1), waarvan de pH met orthofosforzuur (5.2.6) op 2,1 is gebracht.

5.2.17. *Acetylacetonreagens*

Los in een maatkolf van 1 000 ml op :

— 62,5 g ammoniumacetaat (5.2.2),

— 7,5 ml ijsazijn (5.2.3),

— 5 ml acetylaceton (5.2.4).

Vul aan met water (5.2.1) tot 1 000 ml.

Bewaar dit reagens in het donker.

Houdbaarheid : drie dagen bij kamertemperatuur.

Er mag geen kleuring van het reagens worden waargenomen.

5.2.18. *IJkoplossing formaldehyde : stamoplossing*

Breng in een maatkolf van 1 000 ml 10 g formaldehyde (5.2.9) en vul aan tot 1 000 ml met water.

Bepaal de titer van de stamoplossing als volgt :

Pipetteer 5,00 ml stamoplossing in een stoperlenmeyer. Voeg 25,00 ml gestelde jood-oplossing (5.2.14) en 10,00 ml natriumhydroxideoplossing (5.2.10) toe.

Laat vijf minuten staan, voeg 11,00 ml HCl 2 N (5.2.11) toe en titreer de overmaat jood met een gestelde natriumthiosulfaatoplossing (5.2.15) met behulp van zetmeeloplossing 5.2.13 als indicator.

1 ml joodoplossing 0,05 M (5.2.14) is equivalent aan 1,5 mg formaldehyde.

(1) Volgens ISO-norm 5725.

5.2.19. Ijkoplossing formaldehyde: verdunde oplossing

Verdun de stamoplossing (5.2.18) 100 maal met mobiele fase (5.2.16). 1,00 ml van deze oplossing bevat ongeveer 37 µg formaldehyde.

Bereken het exacte gehalte.

5.3. Apparatuur

5.3.1. Gebruikelijke laboratoriumuitrusting, en :

5.3.2. Niet pulserende HPLC-pomp

5.3.3. Niet pulserende lagedrukpomp voor reagenstoevoer, of een tweede HPLC-pomp met dezelfde eigenschappen als de eerste (5.3.2)

5.3.4. Injectiekraan, 10 µl injectievolume

5.3.5. Post-column reactor, als volgt geconstrueerd :

Driehalskolf van 1 liter,

+ 1 verwarmingsmantel van 1 liter

+ 2 Vigreux-kolommen met minimaal tien schotels (luchtgekoeld)

+ roestvrijstalen capillair (voor warmtewisseling) : 1,6 mm - interne diameter : 0,23 mm - lengte : 400 mm

+ teflonbuis : 1,6 mm - interne diameter : 0,30 mm - lengte : 5 m (reactiecoil van gevlochten teflonbuis) (zie aanhangsel 2)

+ 1 T-stuk zonder dood volume (Valco of gelijkwaardig)

+ 3 koppelstukken zonder dood volume

Of: een post-columnreactor Applied Biosystems PCRS 520, uitgerust met een 1 ml reactor, of een gelijkwaardig systeem.

5.3.6. Membraanfilter : 0,45 µ

5.3.7. SEP PAK C18 cartridge, of daaraan gelijkwaardige cartridge

5.3.8. Kolom

— Bischoff Hypersil RP 18 (type NC ref. C 25.46 1805)
(5 µ - L = 250 mm - i.d. = 4,6 mm)

— of Dupont, Zorbax ODS
(5 µ - L = 250 mm - i.d. = 4,6 mm)

— of Phase SEP, Spherisorb ODS 2
(5 µ - L = 250 mm - i.d. = 4,0 mm)

5.3.9. Voorkolom

Bischoff K1 Hypersil RP 18 (ref. KL G 6301 1805)

(5 µ - L = 10 mm, of gelijkwaardig)

5.3.10. De kolom en de voorkolom worden met een Ecotube-systeem (ref. A 15020508 Bischoff) of een gelijkwaardig systeem op elkaar aangesloten.

5.3.11. Bouw de opstelling (5.3.5) volgens het schema van aanhangsel 2.

De verbindingen na de injectiekraan moeten zo kort mogelijk zijn. Wanneer de opstelling van 5.3.5 wordt gebruikt, heeft de roestvrijstalen buis tussen de uitgang van de reactor en de ingang van de detector tot doel het mengsel vóór detectie af te koelen, en is de temperatuur in de detector niet bekend maar constant.

5.3.12. Detector, UV/VIS

5.3.13. Recorder

5.3.14. Centrifuge

5.3.15. Ultrasoonbad

5.3.16. Reageerbuisschudapparaat (Vortex of gelijkwaardig)

5.4. Werkwijze**5.4.1. Ijkcure**

De ijkcure wordt bepaald door de piekhoogte als functie van de concentratie te meten. Bereid de volgende standaardoplossingen door de verdunde ijkoplossing van formaldehyde (5.2.19) te verdunnen met de mobiele fase (5.2.16) :

— 1,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 20,00 ml (ongeveer 185 µg/100 ml)

— 2,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 20,00 ml (ongeveer 370 µg/100 ml)

— 5,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 25,00 ml (ongeveer 740 µg/100 ml)

— 5,00 ml ijkoplossing (5.2.19) verdund tot 20,00 ml (ongeveer 925 µg/100 ml).

De ijkoplossingen moeten vers worden bereid, en vervolgens gedurende 1 uur op kamertemperatuur bewaard alvorens ze worden gebruikt.

De ijkcure is lineair voor concentraties van 1 tot 15 µg/ml.

5.4.2. *Monstervoorbereiding*

5.4.2.1. Emulsies (cremes, vloeibare make-up, eyeliners)

Weeg tot op 0,001 g nauwkeurig een hoeveelheid monster (m g), overeenkomend met een verwachte hoeveelheid formaldehyde van ongeveer 100 µg in een afsluitbare 100 ml fles. Voeg 20,00 ml dichloormethaan (5.2.8) en 20,00 ml zoutzuur (5.2.12) toe. Meng met behulp van een reageerbuischudapparaat (5.3.16) en het ultrasoonbad (5.3.15). Scheid de twee fasen door centrifugeren (3 000 g gedurende 2 minuten). Was een cartridge (5.3.7) met 2 ml methanol (5.2.7) en conditioneer deze met 5 ml water (5.2.1).

Elueer 4 ml van de waterige fase van het extract door de geconditioneerde patroon. Verwerp de eerste 2 ml en vang de volgende fractie op.

5.4.2.2. Lotions en shampoo's

Weeg tot op 0,001 g nauwkeurig een hoeveelheid monster (m g), overeenkomend met een verwachte hoeveelheid formaldehyde van ongeveer 500 µg in een afsluitbare 100 ml fles.

Vul aan tot 100,00 ml met de mobiele fase (5.2.16).

Filtreer de oplossing door een filter (5.3.6) en injecteer, eventueel nadat de oplossing over een cartridge (5.3.7) is geleid, die zoals beschreven in 5.4.2.1 is geconditioneerd.

Alle monsteroplossingen moeten onmiddellijk worden geïnjecteerd.

5.4.3. *Chromatografie*

— debiet van de mobiele fase: 1 ml/min

— debiet van het reagens: 0,5 ml/min

— totaal debiet aan de uitgang van de detector: 1,5 ml/min

— geïnjecteerd volume: 10 µl

— elutietemperatuur: koel bij een slechte scheiding de kolom in een smeltend ijsbad en wacht tot een constante temperatuur is bereikt.

— temperatuur van de post-columnreactie: 100 °C

— detectie: 420 nm

NB: Het gehele systeem voor chromatografie en postkolom moet na gebruik met water (5.2.1) worden gespoeld. Wanneer meer dan twee dagen geen analyses worden gedaan, wordt hierna gespoeld met methanol (5.4.7). Alvorens het systeem opnieuw wordt geconditioneerd, wordt water doorgeleid om herkristallisatie te voorkomen.

5.5. **Berekening**

Emulsies (5.4.2.1):

Gehalte aan formaldehyde in % (m/m):

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

Lotions en shampoo's (5.4.2.2):

Gehalte aan formaldehyde in % (m/m):

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

waarin:

m = massa van het geanalyseerde monster in g

C = de in de ijkcurve (5.4.1) afgelezen formaldehydeconcentratie in µg/100 ml.

5.6. **Herhaalbaarheid⁽¹⁾**

Bij een formaldehydegehalte van 0,05 % mag het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen van hetzelfde monster, gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden, niet hoger zijn dan 0,001 %.

Bij een formaldehydegehalte van 0,2 % mag het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen van hetzelfde monster, gelijktijdig uitgevoerd door dezelfde analist onder zoveel mogelijk identieke omstandigheden, niet hoger zijn dan 0,005 %.

⁽¹⁾ Volgens ISO-norm 5725.

*Aanhangsel 1***VERVAARDIGING VAN DE REACTIECOIL VAN GEVLOCHTEN TEFLONBUIS****BENODIGDHEDEN**

- 1 houten klos : uitwendige diameter 5 cm, met in het midden een gat van 1,5 cm. Op gelijke afstanden worden vier draadnagels aangebracht (zie het schema van de klos in de figuren 1 en 2). De afstand tussen twee punten is 1,8 cm en de afstand tot het gat 0,5 cm.
- 1 niet buigbaar als een haaknaald gevormd staafje om de lussen in de teflonslang te leggen.
- teflonslang : 1,6 mm ; inwendige diameter : 0,3 mm ; lengte : 5 m.

UITVOERING

De reactiecoil wordt gevlochten met een techniek die bekend staat als punniken of klosjebreien :

Eerst wordt de teflonslang van boven naar beneden door het gat in het midden van de klos gestoken (laat ongeveer 10 cm van de slang onder de klos uitsteken, zodat tijdens de vervaardiging de wikkeling zachtjes kan worden aangetrokken) ; vervolgens wordt de eerste lus gemaakt door de slang om elk van de vier punten te wikkelen (zie fig. 3).

Vanaf de tweede wikkeling wordt de slang aan de buitenkant om elk punt gelegd, waarna op de volgende wijze een lus wordt gevormd :

- de slang van de onderste wikkeling wordt met behulp van het staafje over de slang van de bovenste wikkeling gelegd (zie fig. 4).

Deze bewerking wordt bij elk van de punten herhaald, waarbij de volgorde 1 - 2 - 3 - 4 wordt aangehouden, tot een lengte van 5 m, of tot de gewenste lengte is bereikt.

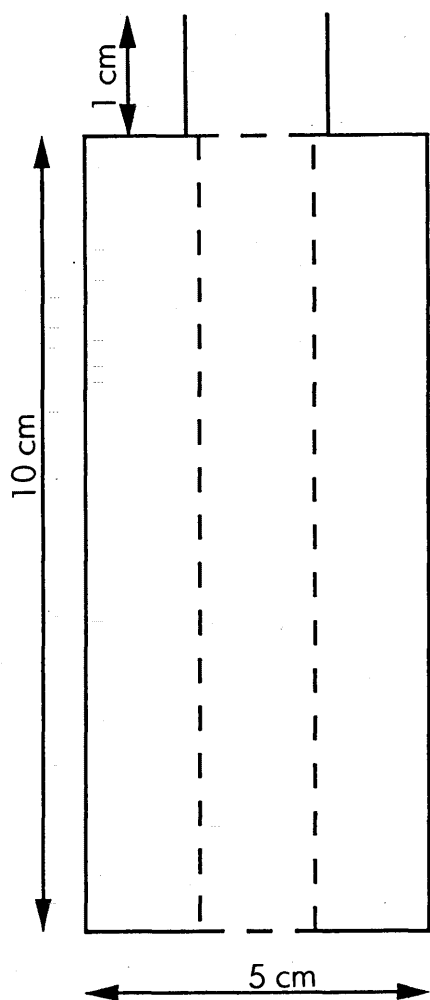
Zorg ervoor dat er ongeveer 10 cm slang overblijft aan het eind van de reactiecoil. De slang wordt door elk van de vier lussen gehaald en lichtjes aangetrokken : op deze manier wordt het vlechtwerk aan de reactiecoil afgesloten.

Aan beide uiteinden van de reactiecoil worden een ferrule en een nut aangebracht ; zorg ervoor dat bij het aandraaien het teflon niet scheurt.

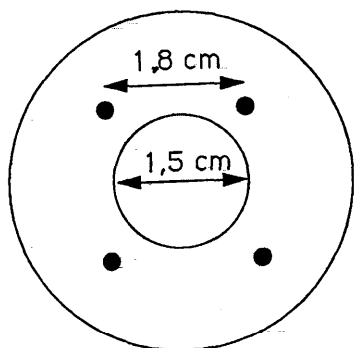
Opmerking : Gewonden teflon is commercieel verkrijgbaar (Supelco).

Schema van de klos

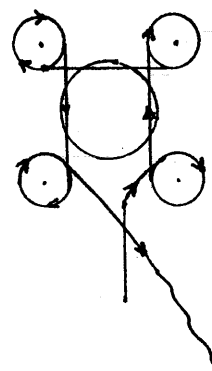
Figuur 1



Figuur 2

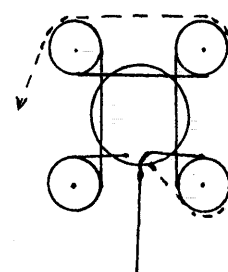


Figuur 3



1e wikkeling

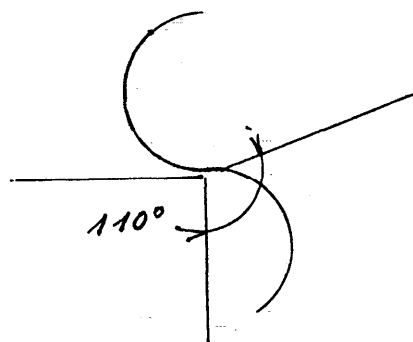
Figuur 4



2e wikkeling

Om de lus te vormen wordt de slang van de onderste wikkeling (dichte lijn) over de slang van de tweede wikkeling (stippellijn) gelegd

Figuur 5



Aanhangsel 2

- 1 = HPLC-pomp
 2 = injectiekraan
 3 = kolom, met voorkolom
 4 = reagentpomp
 5 = T-stuk zonder dood volume
 5' = T-stuk (vortex)
 6-6' = koppelstuk zonder dood volume
 7 = reactiecoil uit gevlochten teflonbuis
 7' = reactor
 8 = driehalskolf met kokend water
 9 = verwarmingsmantel
 10 = koeler
 11 = roestvrij stalen capillair voor warmtewisseling
 11' = warmtewisselaar
 12 = detector, UV/VIS
 13 = postkolom-module PCRS 520

