

31990L0207

L 108/92

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

28.4.1990

DYREKTYWA KOMISJI
z dnia 4 kwietnia 1990 r.
zmieniająca drugą dyrektywę 82/434/EWG w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw
Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu
produktów kosmetycznych

(90/207/EWG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Europejską Wspólnotę Gospodarczą,

a także mając na uwadze, co następuje:

druga dyrektywa Rady 82/434/EWG z dnia 14 maja 1982 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych ⁽¹⁾ ustanawia wspólne metody analizy w celu identyfikacji i oznaczenia wolnego formaldehydu;

najnowsze dane naukowo-techniczne spowodowały, że konieczna stała się zmiana tej metody analizy;

środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Komitetu ds. Dostosowania do Postępu Technicznego dyrektyw dotyczących zniesienia barier technicznych w handlu w sektorze produktów kosmetycznych,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

Rozdział IV Załącznika do dyrektywy 82/434/EWG zastępuje się tekstem zamieszczonym w niniejszym Załączniku.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie wprowadzą w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy nie później niż dnia 31 grudnia 1990 r. i niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

Przepisy przyjęte zgodnie z akapitem pierwszym zawierają wyraźne odniesienie do niniejszej dyrektywy.

Artykuł 3

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 4 kwietnia 1990 r.

W imieniu Komisji

Karel VAN MIERT

Członek Komisji

⁽¹⁾ Dz.U. L 185 z 30.6.1982, str. 1.

ZAŁĄCZNIK

„IV. IDENTYFIKACJA I OZNACZANIE WOLNEGO FORMALDEHYDU

1. CEL I ZAKRES

Niniejsza metoda opisuje identyfikację oraz dwa rodzaje oznaczania obecności donorów formaldehydu. Metoda może służyć do badania wszystkich produktów kosmetycznych.

1.1. Identyfikacja

1.2. Ogólne oznaczanie metodą kolorometryczną z pentano-2,4-dionem

Niniejsza metoda ma zastosowanie, gdy formaldehyd jest używany w czystej postaci lub z innymi konserwantami, które nie są donorami formaldehydu.

W przeciwnym przypadku oraz gdy wyniki wykazują przekroczenie maksymalnego dozwolonego stężenia, musi zostać zastosowana następująca metoda potwierdzająca obecność.

1.3. Oznaczanie w obecności donorów formaldehydu

W metodzie opisanej powyżej (ppkt 1.2) podczas derywatyzacji donory formaldehydu dzielą się, co prowadzi do zawyżania wyników (formaldehyd związany i spolimeryzowany).

Niezbędne jest oddzielenie wolnego formaldehydu za pomocą chromatografii cieczowej.

2. DEFINICJA

Zawartość wolnego formaldehydu w próbce, oznaczona według tej metody, jest wyrażona w procentach masowych.

3. IDENTYFIKACJA

3.1. Zasada

Wolny oraz związany formaldehyd w środowisku kwasu siarkowego nadaje odczynnikowi Schiffa barwę różową lub fioletowo-różową.

3.2. Odczynniki

Wszystkie odczynniki powinny być analitycznej czystości, woda zaś musi być demineralizowana.

3.2.1. Fuksyna;

3.2.2. Siarczyn sodu uwodniony 7 H₂O;

3.2.3. Stężony kwas solny (d = 1,19);

3.2.4. Kwas siarkowy, ok. 1 M;

3.2.5. Odczynnik Schiffa:

Należy odważyć do zlewki 100 mg fuksyny (ppkt 3.2.1), po czym rozpuścić w 75 ml wody przy temperaturze 80 °C. Po ostudzeniu należy dodać 2,5 g siarczyny sodu (ppkt 3.2.2). Dopełnić do 100 ml.

Odczynnik należy wykorzystać w ciągu dwóch tygodni.

3.3. Procedura

3.3.1. Odważyć do 10 ml zlewki 2 g próbki.

3.3.2. Dodać dwie krople kwasu siarkowego (ppkt 3.2.4) oraz 2 ml odczynnika Schiffa (ppkt 3.2.5). Przed próbą odczynnik Schiffa musi być bezwzględnie bezbarwny.

Należy wstrząsnąć i pozostawić na pięć minut.

3.3.3. Jeśli w ciągu pięciu minut będzie można zaobserwować różowy lub fioletowo-różowy odcień, formaldehyd jest obecny w nadmiarze ponad 0,01 %, który musi zostać oznaczony metodą wolną i związaną (pkt 4) i, jeśli to konieczne, musi zostać poddany procedurze (pkt 5).

4. OGÓLNE OZNACZANIE METODĄ KOLOROMETRYCZNĄ Z PENTANO-2,4-DIONEM

4.1. Zasada

Formaldehyd reaguje z pentano-2,4-dionem w obecności octanu amonu i tworzy 3,5-diacetylo-1,4-dihydrolutędynamę. Za pomocą butan-1-olu dokonuje się ekstrakcji, po czym mierzy gęstość optyczną ekstraktu przy 410 nm.

4.2. Odczynniki

Wszystkie odczynniki muszą być czystości analitycznej, woda musi być demineralizowana.

- 4.2.1. Bezwodny octan amonowy;
- 4.2.2. Stężony kwas octowy, $d_{4}^{20} = 1,05$;
- 4.2.3. Pentan-2,4-dion świeżo destylowany pod zredukowanym ciśnieniem 25 mm Hg w temperaturze 25 °C – nie powinien wykazywać absorpcji w 410 nm.
- 4.2.4. Butan-1-ol;
- 4.2.5. Kwas solny, 1 M;
- 4.2.6. Kwas solny, ok. 0,1 M;
- 4.2.7. Wodorotlenek sodu, 1 M;
- 4.2.8. Świeżo przygotowany roztwór skrobi, przygotowany zgodnie z Europejską Farmakopeą (1 g/50 ml wody), druga edycja 1980, część I-VII-1-1;
- 4.2.9. Formaldehyd o stężeniu masowym 37–40 %;
- 4.2.10. Standardowy roztwór jodu, 0,05 M;
- 4.2.11. Standardowy roztwór tiosiarczanu sodu, 0,1 M;
- 4.2.12. Odczynnik pentan 2,4-dion:
W 1000 mm kolbie miarowej należy rozpuścić:
 - 150 g octanu amonu (ppkt 4.2.1),
 - 2 ml pentan-2,4-dionu (ppkt 4.2.3),
 - 3 ml kwasu octowego (ppkt 4.2.2).Dopełnić wodą do 1000 ml (pH roztworu ok. 6,4).
Odczynnik musi być świeżo przygotowany;
- 4.2.13. Odczynnik (ppkt 4.2.12) bez pentan-2,4-dionu;
- 4.2.14. Standardowy formaldehyd: roztwór podstawowy
Należy wlać 5 g formaldehydu (ppkt 4.2.9) do 1000 ml kolby miarowej i dopełnić wodą do 1000 ml.
Stężenie roztworu należy oznaczyć w następujący sposób:
Należy odlać 10 ml; dodać 25 ml standardowego roztworu jodu (ppkt 4.2.10) oraz 10 ml roztworu wodorotlenku sodu (ppkt 4.2.7),
po czym odstawić na pięć minut.
Następnie należy zakwasić 11,00 ml kwasu solnego (ppkt 4.2.5) i oznaczyć nadmiar jodu za pomocą standardowego roztworu tiosiarczanu sodu (ppkt 4.2.11), używając jako wskaźnika roztworu skrobi (ppkt 4.2.8).
1 ml z 0,05 M zużytego jodu (ppkt 4.2.10) jest równy 1,5 mg formaldehydu;
- 4.2.15. Standardowy formaldehyd: roztwór rozcieńczony
Należy rozcieńczyć stopniowo wodą podstawowy roztwór formaldehydu w proporcjach 1/20, a potem 1/100.
1 ml tego roztworu zawiera ok. 1 µg formaldehydu.
Obliczyć dokładną zawartość.

4.3. Aparatura

- 4.3.1. Standardowe wyposażenie laboratoryjne;
- 4.3.2. Sączek do rozdzielania faz, bibuła Whatman 1 PS (lub równoważna);
- 4.3.3. Wirówka;
- 4.3.4. Kąpiel wodna ustawiona na 60 °C;
- 4.3.5. Spektrofotometr;
- 4.3.6. Naczynka szklane o długości ścieżki optycznej 1 cm.

4.4. Procedura**4.4.1. Roztwór próbki**

W 100 ml kolbie miarowej zważyć z dokładnością do 0,001 g ilość (w g) próbki analitycznej, odpowiadającą przypuszczalnej zawartości formaldehydu, czyli około 150 µg.

Uzupełnić wodą do 100 ml i wymieszać (roztwór S).

(Sprawdzić, czy pH jest zbliżone do 6; jeśli nie, należy rozcieńczyć roztworem kwasu solnego (ppkt 4.2.6)).

Do 50 ml kolby stożkowej Erlenmeyera dodać:

- 10,00 ml roztworu S,
- 5,00 ml odczynnika pentano-2,4-dionu (ppkt 4.2.12).
- wodę demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

4.4.2. Roztwór odniesienia

Możliwe zaburzenia wyników związane z podstawowym kolorem próbki analitycznej należy wyeliminować poprzez zastosowanie roztworu odniesienia:

Do 50 ml kolby stożkowej należy wlać:

- 10,00 ml roztworu S,
- 5, 00 ml odczynnika (ppkt 4.2.13),
- demineralizowaną wodę do końcowej objętości 30 ml.

4.4.3. Próba ślepa

Do 50 ml kolby stożkowej Erlenmeyera dodać:

- 5, 00 ml odczynnika pentano-2,4-dion (ppkt 4.2.12),
- wodę demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

4.4.4. Oznaczanie

4.4.4.1. Wstrząsać mieszaniny ppkt 4.4.1, 4.4.2 oraz 4.4.3, i zanurzyć na dokładnie 10 minut w łaźni wodnej, w temperaturze 60 °C. Pozostawić do schłodzenia na dwie minuty w łaźni wodnej z lodem.

4.4.4.2. Przenieść mieszaniny do 50 ml rozdzielaczy zawierających po 10,00 ml butan-1-olu (ppkt 4.2.4). Przepłukać każdą kolbę wodą w ilości 3–5 ml, a następnie dolać tę wodę do rozdzielaczy. Potrząsać energicznie mieszaniną przez dokładnie 30 sekund. Pozostawić do rozdzielania.

4.4.4.3. Należy oddzielić fazę butan-1-olu do naczynek pomiarowych (ppkt 4.3.2), używając filtru rozdzielania faz. Może również zostać zastosowane wirowanie (3000 g_n przez pięć minut).

4.4.4.4. Zmierzyć gęstość optyczną A_1 ekstraktu roztworu próbki z ppkt 4.4.1. przy 410 nm w porównaniu z ekstraktem roztworu odniesienia ppkt 4.4.2.

4.4.4.5. Podobnie zmierzyć ekstrakt roztworu do ślepej próby z ppkt 4.4.3 w porównaniu z butan-1-olem (A_2).

Uwaga: Wszystkie czynności muszą być wykonane w ciągu 25 minut od chwili umieszczenia kolb stożkowych Erlenmeyera w łaźni wodnej o temperaturze 60 °C.

4.4.5. Krzywa kalibracyjna

4.4.5.1. W 50 ml kolbie stożkowej Erlenmeyera umieścić:

- 5,00 ml rozcieńczonego standardowego roztworu (ppkt 4.2.15),
- 5,00 ml pentano-2,4-dionu (ppkt 4.2.12),
- uzupełnić wodą demineralizowaną do końcowej objętości 30 ml.

4.4.5.2. Dalej postępować według wskazówek przedstawionych w ppkt 4.4.4, zmierzyć gęstość optyczną w porównaniu z butan-1-olem (ppkt 4.2.4).

4.4.5.3. Powtórzyć operację z 10, 15, 20 i 25 ml rozcieńczonego roztworu standardowego (ppkt 4.2.15).

4.4.5.4. Dla otrzymania wartości zerowej (odnoszącej się do barwy odczynników) postępować jak w ppkt 4.4.4.5.

4.4.5.5. Wykreślić krzywą kalibracyjną po odjęciu wartości zerowej od każdej gęstości optycznej otrzymanej w ppkt 4.4.5.1 i 4.4.5.3. Prawo Beera obowiązuje do 30 µg formaldehydu.

4.5. Obliczenia

4.5.1. Należy odjąć wartość A_2 od A_1 i odczytać z krzywej kalibracyjnej ilość C w mikrogramach formaldehydu w roztworze próbki (ppkt 4.4.1).

4.5.2. Należy obliczyć zawartość formaldehydu w próbce (% m/m) za pomocą następującego wzoru:

$$\text{zawartość formaldehydu w \%} = \frac{C}{10^3 \cdot m}$$

gdzie:

m = masa próbki analitycznej w g.

4.6. Powtarzalność⁽¹⁾

W przypadku zawartości formaldehydu w ilości 0,2 % różnica w wynikach dwóch równoległych oznaczeń, wykonanych na tej samej próbce, w metodzie kolorymetrycznej z pentano-2,4-dionem nie może przekraczać 0,005 %.

Jeśli oznaczenie wolnego formaldehydu prowadzi do wyników wyższych niż maksymalne stężenia przedstawione w dyrektywie (EWG) nr 76/768, tj.:

- a) między 0,05 % a 0,2 % w nieoznakowanym produkcie;
- b) lub gdy stężenie przekroczy 0,2 %, to bez względu na to, czy jest to produkt oznakowany, czy nie, należy zastosować procedurę opisaną w pkt 5 poniżej.

5. OZNACZANIE W OBECNOŚCI DONORÓW FORMALDEHYDU.**5.1. Zasada**

Oddzielny formaldehyd w reakcji z pentano-2,4-dionem przekształca się w żółtą pochodną lutydyny w reaktorze post-kolumnowym; pochodną tę można wykryć za pomocą gęstości optycznej przy 420 nm.

5.2. Odczynniki

Wszystkie odczynniki powinny być analitycznej czystości, a woda zaś musi być demineralizowana.

- 5.2.1. Woda jakości HPLC lub woda porównywalnej jakości;
- 5.2.2. Bezwodny octan amonu;
- 5.2.3. Stężony kwas octowy;
- 5.2.4. Pentano-2,4-dion (przechowywany w temp. 4 °C);
- 5.2.5. Bezwodny fosforan disodowy;
- 5.2.6. 85 % kwas ortofosforowy (d = 1,7);
- 5.2.7. Metanol o jakości HPLC;
- 5.2.8. Dichlorometan;
- 5.2.9. Formaldehyd o stężeniu masowym 37–40 %;
- 5.2.10. Wodorotlenek sodu, 1 M;
- 5.2.11. Kwas solny, 1 M;
- 5.2.12. Kwas solny, 0,002 M;
- 5.2.13. Świeżo przygotowany roztwór skrobi, przygotowany zgodnie z Europejską Farmakopeą (patrz ppkt 4.2.8);
- 5.2.14. Standardowy roztwór jodu, 0,05 M;
- 5.2.15. Standardowy roztwór tiosiarczanu sodu, 0,1 M;
- 5.2.16. *Faza ruchoma:*

Wodny roztwór fosforanu disodu (ppkt 5.2.5), 0,006 M o pH ustawionym za pomocą kwasu ortofosforowego (ppkt 5.2.6) do 2,1;
- 5.2.17. *Odczynniki post-kolumnowe:*

W kolbie miarowej o objętości 1000 ml należy rozpuścić:

 - 62,5 g octanu amonu (ppkt 5.2.2),
 - 7,5 ml kwasu octowego (ppkt 5.2.3),
 - 5 ml pentano-2,4-dionu (ppkt 5.2.4).

Należy dopełnić wodą do 1000 ml (ppkt 5.2.1).

Ten odczynnik musi być chroniony przed światłem.

Czas zachowania: maksymalnie 3 dni w temp. 25 °C.

Kolor nie powinien ulec zmianie;
- 5.2.18. *Standardowy formaldehyd: roztwór podstawowy*

Należy wlać 10 g formaldehydu (ppkt 5.2.9) do kolby miarowej o objętości 1000 ml i dopełnić wodą do 1000 ml.

Należy oznaczyć stężenie roztworu w następujący sposób:

Odlać 5,00 ml; dodać 25,00 ml standardowego roztworu jodu (ppkt 5.2.14) oraz 10,00 ml roztworu wodorotlenku sodu (ppkt 5.2.10).

Odstawić na pięć minut.

Zakwasić 11,00 ml kwasu solnego (ppkt 5.2.11), po czym miareczkować nadmiar standardowego roztworu sodu roztworem tiosiarczanu sodu (ppkt 5.2.15) z użyciem roztworu skrobi (ppkt 5.2.13) jako wskaźnika.

1 ml roztworu jodu (ppkt 5.2.14) jest równoważny 1,5 mg formaldehydu;

⁽¹⁾ ISO 5725.

5.2.19. *Standardowy formaldehyd: roztwór rozcieńczony*

Należy rozcieńczyć roztwór podstawowy do jednej setnej jego pierwotnego stężenia w fazie ruchomej (ppkt 5.2.16).

1 ml roztworu zawiera ok. 37 mg formaldehydu.

Należy obliczyć dokładną zawartość.

5.3. **Aparatura**

5.3.1. Standardowe wyposażenie laboratoryjne;

5.3.2. Bezpulsacyjna pompa HPLC;

5.3.3. Niskociśnieniowa bezpulsacyjna pompa do odczynników (lub druga pompa HPLC);

5.3.4. Zawór wtryskowy z 10 µl pętlą;

5.3.5. Reaktor postkolumnowy powinien być wyposażony w:

- + jedną 1-litrową kolbę o trzech szybkach,
- + jeden 1-litrowy ogrzewacz do kolb,
- + dwie kolumny Vigreux z przynajmniej 10 płytami, z których dwie powinny być chłodzone powietrzem,
- + nierdzewną rurę stalową (do odprowadzania ciepła) 1,6 mm o średnicy wewnętrznej 0,23 mm, długości = 400 mm,
- + rurę teflonową 1,6 mm o średnicy wewnętrznej 0,30 mm, długości 5 m ((francuskie szycie) patrz dodatek 1),
- + jeden trójnik bez martwej objętości (Valco lub odpowiednik),
- + trzy złączki bez żadnych martwych objętości,

Lub: jeden moduł post-kolumnowy Applied Biosystems PCRS 520 lub odpowiednik wyposażony w 1-ml reaktor;

5.3.6. Filtr membranowy, o rozmiarze porów 0,45 µm;

5.3.7. Zasobnik SEP-PAK^R C₁₈ lub odpowiednik;

5.3.8. Kolumny gotowe do użytku:

- typu Bischoff hypersil RP 18 (typu NC odnośnik C 25.46 1805)
(5 µm, długość = 250 mm, średnica wewnętrzna = 4,6 mm),
- lub Dupont, Zorbax ODS
(5 µm, długość = 250 mm, średnica wewnętrzna = 4,6 mm),
- lub Phase SEP, spherisorb ODS 2
(5 µm, długość = 250 mm, średnica wewnętrzna = 4,6 mm);

5.3.9. *Przed kolumną*

typu Bischoff K₁ hypersil RP 18 (odnośnik K1 G 6301 1805)
(5 µm, długość = 10 mm, lub odpowiednik);

5.3.10. Kolumna z kolumną wstępną połączone są za pomocą systemu Ecotube (odnośnik A 15 020 508 Bischoff) lub odpowiednik.

5.3.11. Należy złożyć aparaturę (ppkt 5.3.5) tak, jak to przedstawiono na schemacie blokowym w dodatku 2.

Połączenia za zaworem wtryskowym muszą być możliwie krótkie. W tym przypadku nierdzewna stalowa rura między wyjściem reaktora a wejściem detektora będzie pełniła rolę chłodnicy mieszaniny przed detekcją, temperatura wewnątrz reaktora będzie nieznana, ale stała;

5.3.12. Detektor widzialnego promieniowania UV;

5.3.13. Rejestrator;

5.3.14. Wirówka;

5.3.15. Kąpiel z użyciem ultradźwięków;

5.3.16. Mieszadło wiracyjne (vortex lub odpowiednik).

5.4. **Procedura**

5.4.1. *Krzywa kalibracyjna*

Tworzy się ją dzięki nanoszeniu wartości szczytowych jako funkcji stężenia: rozcieńczonego formaldehydu do roztworu odniesienia formaldehydu.

Należy przygotować roztwory standardowe poprzez rozcieńczenie roztworu odniesienia (ppkt 5.2.19) fazą ruchomą (ppkt 5.2.16):

- 1,00 ml roztworu (ppkt 5.2.19) rozpuszczonego w 20,00 ml (ok. 185 µg/100ml),
- 2,00 ml roztworu (ppkt 5.2.19) rozpuszczonego w 20,00 ml (ok. 370 µg/100ml),
- 5,00 ml roztworu (ppkt 5.2.19) rozcieńczonego w 25,00 ml (ok. 740 µg/100 ml),
- 5,00 ml roztworu (ppkt 5.2.19) rozcieńczonego w 20,00 ml (ok. 925 µg/100 ml).

Roztwory standardowe są przechowywane przez godzinę w temperaturze laboratoryjnej i muszą być świeżo przygotowane.

Liniowość krzywej kalibracyjnej jest prawidłowa dla stężeń między 1,00 a 15,00 µg/ml.

5.4.2. Przygotowanie próbek

5.4.2.1. Emulsje (kremy, podkłady do makijażu, kredki do oczu)

Do zamkniętej 100 ml kolby należy odważyć z dokładnością do 0,001 g ilość próbki analitycznej (mg) odpowiadającej przypuszczalnie ilości 100 µg formaldehydu. Następnie należy dodać 20,00 ml dichlorometanu (ppkt 5.2.8) oraz 20,00 ml dokładnie odmierzonego kwasu solnego (ppkt 5.2.12). Należy wymieszać składniki za pomocą mieszadła wibrującego (ppkt 5.3.16) oraz kąpeli ultradźwiękowej (ppkt 5.3.15), a następnie oddzielić dwie fazy poprzez wirowanie (3 000 gⁿ przez dwie minuty). W międzyczasie należy oczyścić zasobnik (ppkt 5.3.7) 2 ml metanolu (ppkt 5.2.7), po czym przystosować zasobnik 5 ml wody (ppkt 5.2.1).

Przepuścić 4 ml fazy płynnej ekstraktu przez przystosowany zasobnik, odrzucić pierwsze 2 ml, a następnie odzyskać następującą po tym frakcję.

5.4.2.2. Balsamy, szampony

Do zamkniętej kolby o objętości 100 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g ilość próbki analitycznej (mg) odpowiadającej przypuszczalnie ok. 500 µg formaldehydu.

Dopełnić fazą ruchomą do 100 ml (ppkt 5.2.16).

Przepuścić roztwór przez filtr (ppkt 5.3.6) i wprowadzić lub przepuścić przez przystosowany jak poprzednio zasobnik (ppkt 5.4.2.1). Wszystkie roztwory muszą zostać wprowadzone bezpośrednio po przygotowaniu.

5.4.3. Warunki chromatografii:

- Prędkość przepływu fazy ruchomej: 1 ml/min,
- Prędkość przepływu odczynników: 0,5 ml/min,
- Całkowita prędkość przepływu u wyjścia detektora: 1,5 ml/min,
- Wprowadzona objętość: 10 µl,
- Temperatura elucji: W przypadku utrudnionego oddzielania zanurzyć kolumnę w kąpeli z topniejącego lodu: poczekać 15–20 min zanim temperatura się ustabilizuje,
- Temperatura reakcji w postkolumnie: 100 °C,
- Detekcja: przy 420 nm.

Uwaga: Cały system do chromatografii oraz postkolumna po użyciu muszą być przepłukane wodą (ppkt 5.2.1).

Jeśli urządzenia są nieużywane przez więcej niż dwa dni, po przepłukaniu wodą należy przepłukać aparaturę metanolem (ppkt 5.2.7). Przed ponownym przystosowaniem systemu, w celu uniknięcia rekryształizacji, należy przepuścić przez system wodę.

5.5. Obliczenia

Emulsje: (ppkt 5.4.2.1):

Zawartości formaldehydu w% (m/m):

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

Balsamy, szampony:

W tym przypadku stosuje się wzór zmieniony w następujący sposób:

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

gdzie:

m = masa badanej próbki w g (ppkt 5.4.2.1),

C = koncentrat formaldehydu w µg/100 ml odczytany z krzywej kalibracyjnej (ppkt 5.4.1.).

5.6. Powtarzalność⁽¹⁾

Dla 0,05 % zawartości formaldehydu różnica między wynikami dwóch oznaczeń w równoległe przeprowadzonych pomiarach tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,001 %.

Dla 0,2 % zawartości formaldehydu różnica między wynikami dwóch oznaczeń w równoległe przeprowadzonych pomiarach tej samej próbki nie powinna przekraczać 0,005 %.

⁽¹⁾ ISO 5725.

Dodatek 1

INSTRUKCJE PRZYGOTOWANIA PRZYRZĄDU DO „FRANCUSKIEGO SZYCIA”**WYMAGANE AKCESORIA**

- Jedna drewniana szpula:
 - o średnicy zewnętrznej 5 cm z otworem o średnicy 1,5 cm przechodzącym przez środek. Wstawić 4 stalowe gwoździe (jak pokazano na rysunkach 1 i 2). Odległość między dwoma gwoździami musi wynosić 1,8 cm, muszą być one oddalone o 0,5 cm od otworu,
- jedna sztywna igła (typu hakowego) do tworzenia pętli rurki teflonowej,
- rurka teflonowa 1,6 mm o długości pięciu metrów i średnicy wewnętrznej 0,3 mm.

PROCEDURA

Aby rozpocząć „francuskie szycie” za pomocą przyrządu, należy przeprowadzić rurkę teflonową od góry do dołu szpuli przez jej środkowy otwór (pozostawiając około 10 cm rurki odstające od spodu szpuli, aby umożliwić przeciągnięcie łańcucha w procesie tkania); następnie należy zawinąć rurkę kolejno o cztery gwoździe, jak pokazano na rysunku. 3.

Wejście i wyjście przyrządu ochraniane jest metalowymi zaciskami i śrubami zaciskowymi; należy uważać, aby nie uszkodzić teflonu przy silnym pociągnięciu. Zawinąć rurkę wokół każdego gwoździa po raz drugi i wykonać „ściegi” w następujący sposób:

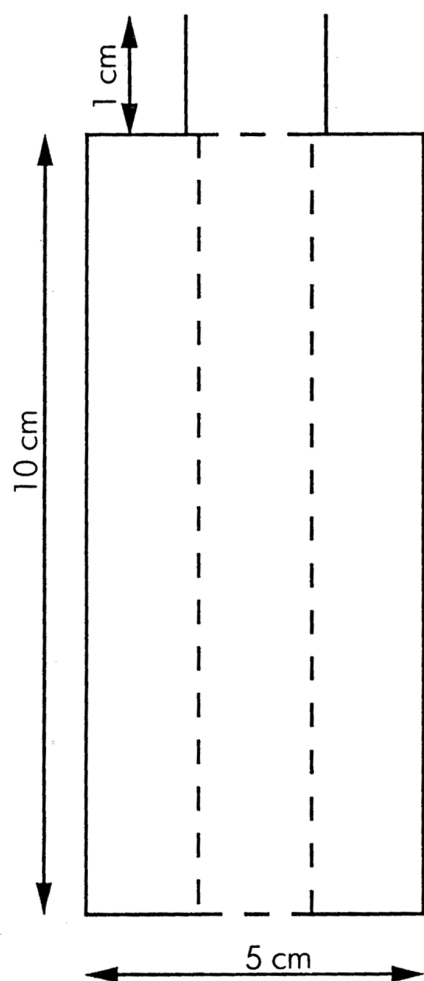
- za pomocą sztywnej igły unieść rurkę z niższego rzędu nad rurkę z górnego rzędu (patrz rysunek 4). Czynność tę powtórzyć na każdym z gwoździ w kolejności (1, 2, 3, 4 w kierunku przeciwnym do ruchu wskazówek zegara), aż do uzyskania łańcuszka o długości 5 m lub do uzyskania pożądanej długości.

Należy pozostawić około 10 cm w celu zamknięcia łańcucha. W celu zakończenia łańcucha należy przeprowadzić rurkę przez każde z czterech pętli i pociągnąć delikatnie.

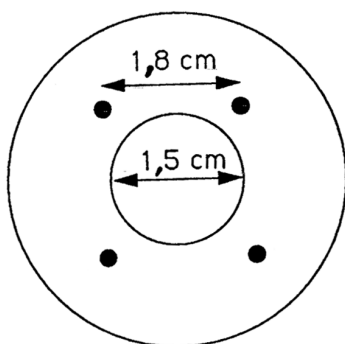
Uwaga: Przyrządy do tkania „łańcucha” wytwarzane dla zastosowania w reaktorach postkolumnowych dostępne są na rynku (Supelco).

Schematyczny wykres szpuli

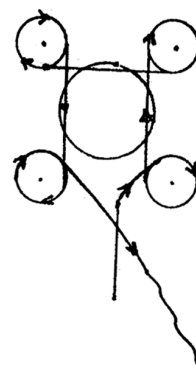
Rysunek 1



Rysunek 2

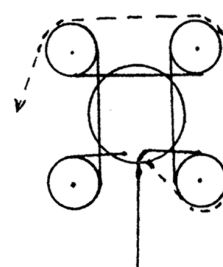


Rysunek 3



Pierwsza rurka

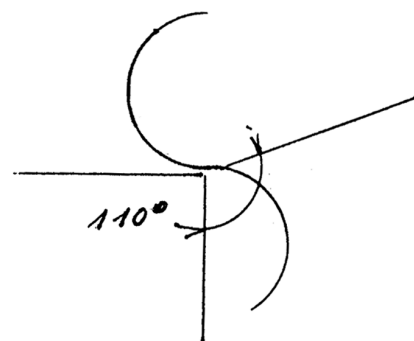
Rysunek 4



Druga rurka

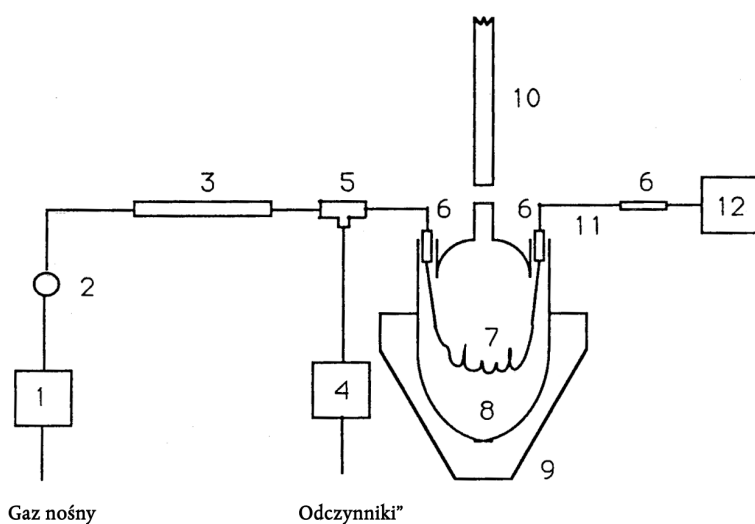
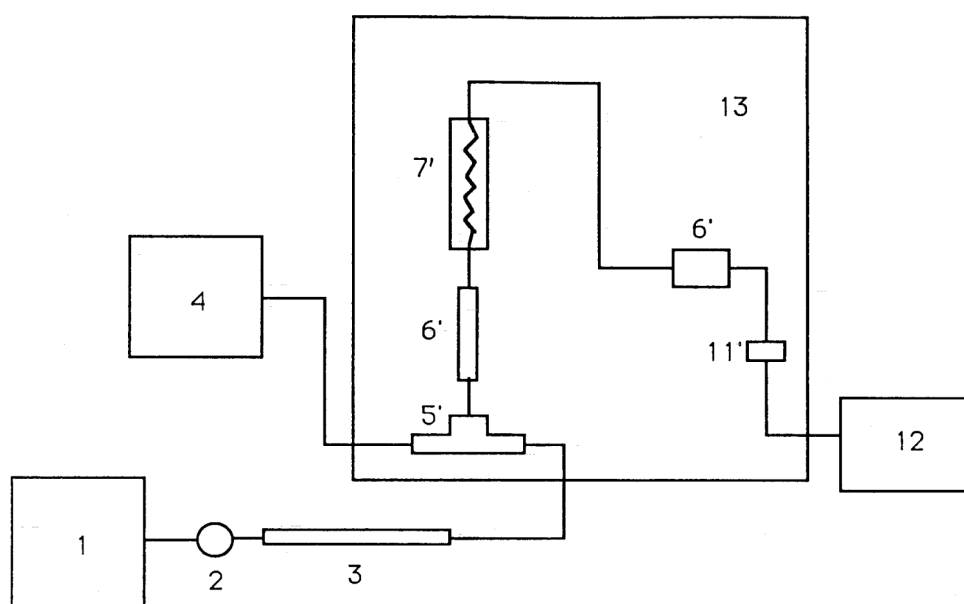
Aby utworzyć „ścieg”, należy unieść niższą rurkę (linia ciągła) nad drugą rurkę (linia przerywana)

Rysunek 5



Dodatek 2

- 1 = pompa HPLC
- 2 = zawór wtryskowy
- 3 = kolumna z kolumną wstępną
- 4 = pompa do odczynników
- 5 = trójnik bez martwej objętości
- 5' = trójnik (Vortex)
- 6-6' = złączki bez martwych objętości
- 7 = przyrząd do „francuskiego tkania”
- 7' = reaktor
- 8 = kolba o trzech szybkach
- 9 = ogrzewacz do kolb
- 10 = chłodziwo
- 11 = nierdzewna rura stalowa do wymiany ciepła
- 11' = wymiennik ciepła
- 12 = detektor widzialnego promieniowania UV
- 13 = moduł post-kolumnowy PCRS 520



Gaz nośny

Odczynniki