31990L0207

L 108/92 *EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA* 28.4.1990

KOMISJONI DIREKTIIV,

4. aprill 1990,

millega muudetakse teist direktiivi 82/434/EMÜ kosmeetikatoodete koostise kontrolliks vajalikke analüüsimeetodeid käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta

(90/207/EMÜ)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut,

ning arvestades, et:

teises komisjoni 14. mai 1982. aasta direktiivis 82/434/EMÜ kosmeetikatoodete koostise kontrolliks vajalikke analüüsimeetodeid käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta [1] on sätestatud ühtne vaba formaldehüüdi identifitseerimise ja määramise analüüsimeetod;

silmas pidades uusi teaduslikke ja tehnilisi andmeid, on osutunud vajalikuks kõnealust analüüsimeetodit muuta;

käesolevas direktiivis sätestatud meetmed on kooskõlas kosmeetikatoodete kaubanduse sektoris tehniliste tõkete kõrvaldamist käsitlevate direktiivide tehnika arenguga kohandamise komitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Direktiivi 82/434/EMÜ lisa IV peatükk asendatakse käesoleva direktiivi lisas esitatud tekstiga.

Artikkel 2

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud õigus- ja haldusnormid hiljemalt 31. detsembriks 1990. Liikmesriigid teatavad nendest viivitamata komisjonile.

Esimese lõigu kohaselt vastuvõetud sätetes viidatakse selgesõnaliselt käesolevale direktiivile.

Artikkel 3

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 4. aprill 1990

Komisjoni nimel

komisjoni liige

Karel VAN MIERT

[1] EÜT L 185, 30.6.1982, lk 1.

LISA

"IV. **VABA FORMALDEHÜÜDI IDENTIFITSEERIMINE JA MÄÄRAMINE**

1. EESMÄRK JA RAKENDUSALA

Käesolev meetod kirjeldab identifitseerimist ja kaht määramisviisi sõltuvalt sellest, kas formaldehüüdi doonoreid esineb või mitte. Seda kohaldatakse kõikide kosmeetikatoodete puhul.

1.1. **Identifitseerimine**

1.2. **Üldine määramine pentaan-2,4-diooniga kolorimeetriliselt**

Seda meetodit kasutatakse, kui formaldehüüdi on kasutatud üksinda või koos teiste säilitusainetega, mis ei ole formaldehüüdi doonorid.

Kui ei ole tegemist sellise juhuga ja kui tulemus ületab maksimaalse lubatud kontsentratsiooni, tuleb kasutada järgmist tõestusmeetodit.

1.3. **Määramine formaldehüüdi doonorite juuresolekul**

Eespool nimetatud meetodi (1.2) puhul lagunevad formaldehüüdi doonorid derivatiseerimise käigus ja seetõttu saadakse liiga suur tulemus (seotud või polümeriseerunud formaldehüüd).

Vaba formaldehüüd tuleb eraldada vedelikkromatograafiliselt.

2. MÄÄRATLUS

Käesoleva meetodi kohaselt määratud vaba formaldehüüdi sisaldust proovis väljendatakse massiprotsendina.

3. IDENTIFITSEERIMINE

3.1. **Põhimõte**

Vaba ja seotud formaldehüüd muudab Schiffi reaktiivi väävelhappe keskkonnas roosaks või kahvatulillaks.

3.2. **Reaktiivid**

Kõik reaktiivid peaksid olema analüütiliselt puhtad ja vesi peab olema demineraliseeritud.

3.2.1. Fuksiin.

3.2.2. Naatriumsulfitheptahüdraat.

3.2.3. Kontsentreeritud soolhape (d = 1,19).

3.2.4. Väävelhape, umbes 1 M.

3.2.5. *Schiffi reaktiiv:*

100 mg fuksiini (3.2.1) kaalutakse keeduklaasi ja lahustatakse 75 ml vees temperatuuril 80 °C. Pärast jahutamist lisatakse 2,5 g naatriumsulfitit (3.2.2). Täiendatakse 100 ml-ni.

Kasutatakse kahe nädala jooksul.

3.3. **Analüüsi käik**

3.3.1. 2 g proovi kaalutakse 10-ml keeduklaasi.

3.3.2. Lisatakse kaks tilka väävelhapet (3.2.4) ja 2 ml Schiffi reaktiivi (3.2.5). See reaktiiv peab olema kasutamise ajal täiesti värvitu.

Loksutatakse ja jäetakse viieks minutiks seisma.

3.3.3. Kui viie minuti jooksul ilmneb roosa või kahvatulilla toon, on formaldehüüdi sisaldus suurem kui 0,01 % ja see tuleb määrata vabale ja seotud formaldehüüdile sobiva meetodi kohaselt (4) ning vajaduse korral punktis 5 esitatud meetodi kohaselt.

4. ÜLDINE MÄÄRAMINE PENTAAN-2,4-DIOONIGA KOLORIMEETRILISELT

4.1. **Põhimõte**

Formaldehüüd reageerib pentaan-2,4-diooniga ammooniumatsetaadi juuresolekul, moodustades 3,5-diatsetüül-1,4-dihüdrolutidiini. See ekstraheeritakse butaan-1-ooliga ja ekstrakti neeldumist mõõdetakse 410 nm juures.

4.2. **Reaktiivid**

Kõik reaktiivid peaksid olema analüütiliselt puhtad ja vesi peab olema demineraliseeritud.

4.2.1. Veevaba ammooniumatsetaat.

4.2.2. Kontsentreeritud äädikhape, d_4^{20}= 1,05.

4.2.3. Pentaan-2,4-dioon, värskelt destilleeritud vaakumis 25 mm Hg juures temperatuuril 25 °C – 410 nm juures ei tohi esineda mingit neeldumist.

4.2.4. Butaan-1-ool.

4.2.5. Soolhape, 1 M.

4.2.6. Soolhape, ligikaudu 0,1 M.

4.2.7. Naatriumhüdroksiid, 1 M.

4.2.8. Tärkliselahus, värskelt valmistatud Euroopa Farmakopöa (teine väljaanne 1980, osa I-VII-1-1) järgi (1 g 50 ml vee kohta).

4.2.9. 37–40-massi/mahu% formaldehüüd.

4.2.10. Joodi standardlahus, 0,05 M.

4.2.11. Naatriumtiosulfaadi standardlahus, 0,1 M.

4.2.12. *Pentaan-2,4-diooni reaktiiv:*

1 000-ml mõõtekolvis lahustatakse:

— 150 g ammooniumatsetaati (4.2.1),

— 2 ml pentaan-2,4-diooni (4.2.3),

— 3 ml äädikhapet (4.2.2).

Täiendatakse veega 1 000 ml-ni (lahuse pH umbes 6,4).

See reaktiiv tuleb valmistada vahetult enne kasutamist.

4.2.13. Reaktiiv (4.2.12) ilma pentaan-2,4-dioonita.

4.2.14. *Formaldehüüdi standard: põhilahus.*

5 g formaldehüüdi (4.2.9) valatakse 1 000-ml mõõtekolbi ja täiendatakse veega 1 000 ml-ni.

Lahuse kontsentratsioon määratakse järgmiselt:

eemaldatakse 10,00 ml; lisatakse 25,00 ml joodi standardlahust (4.2.10) ja 10,00 ml naatriumhüdroksiidi lahust (4.2.7).

Lastakse seista viis minutit.

Hapestatakse 11,00 ml soolhappega (4.2.5) ja määratakse joodi liig naatriumtiosulfaadi standardlahusega (4.2.11), kasutades indikaatorina tärkliselahust (4.2.8).

1 ml kasutatud 0,05 M joodi (4.2.10) on samaväärne 1,5 mg formaldehüüdiga.

4.2.15. *Formaldehüüdi standard: lahjendatud lahus*

Formaldehüüdi põhilahus lahjendatakse veega kõigepealt 20 korda ja seejärel 100 korda.

1 ml kõnealust lahust sisaldab umbes 1 µg formaldehüüdi.

Arvutatakse täpne sisaldus.

4.3. **Seadmed**

4.3.1. Tavalised laboriseadmed.

4.3.2. Faasijaotusfilter, *Whatman 1 PS* (või samaväärne).

4.3.3. Tsentrifuug.

4.3.4. Veevann, reguleeritud temperatuurile 60 °C.

4.3.5. Spektrofotomeeter.

4.3.6. Klaasküvetid, optilise tee pikkusega 1 cm.

4.4. **Analüüsi käik**

4.4.1. *Proovilahus*

100-ml mõõtekolbi kaalutakse 0,001 g täpsusega uuritavat proovi sellises koguses (grammides), milles on formaldehüüdi eeldatavalt umbes 150 µg.

Täiendatakse veega 100 ml-ni ja segatakse (lahus S).

(Kontrollitakse, et pH oleks ligikaudu 6; vastasel juhul lahjendatakse soolhappe lahusega (4.2.6).)

50-ml Erlenmeyeri kolbi lisatakse:

— 10,00 ml lahust S,

— 5,00 ml pentaan-2,4-diooni reaktiivi (4.2.12),

— demineraliseeritud vett, et lõppmaht oleks 30 ml.

4.4.2. *Võrdluslahus*

Võimalikud uuritava proovi taustavärvist tingitud häired kõrvaldatakse käesoleva võrdluslahusega:

50-ml Erlenmeyeri kolbi lisatakse:

— 10,00 ml lahust S,

— 5,00 ml reaktiivi (4.2.13),

— demineraliseeritud vett, et lõppmaht oleks 30 ml.

4.4.3. *Pimekatse*

50-ml Erlenmeyeri kolbi lisatakse:

— 5,0 ml pentaan-2,4-diooni reaktiivi (4.2.12),

— demineraliseeritud vett, et lõppmaht oleks 30 ml.

4.4.4. *Määramine*

4.4.4.1. Loksutada punktides 4.4.1, 4.4.2 ja 4.4.3 esitatud segusid. Erlenmeyeri kolvid pannakse veevanni temperatuuril 60 °C täpselt 10 minutiks. Lastakse jahtuda vannis jäävees kaks minutit.

4.4.4.2. Lahused kantakse 50-ml jaotuslehtritesse, mis sisaldavad 10 ml butaan-1-ooli (4.2.4). Kõiki kolbe loputatakse 3–5 ml veega. Loksutatakse segu tugevasti täpselt 30 sekundit. Lastakse kihistuda.

4.4.4.3. Butaan-1-ooli faas filtreeritakse läbi faasijaotusfiltri mõõtküvettidesse (4.3.2). Võib kasutada ka tsentrifuugimist (3 000 g_n viis minutit).

4.4.4.4. Mõõdetakse punktis 4.4.1 esitatud proovilahuse ekstrakti neeldumine A_1 410 nm juures punktis 4.4.2 esitatud võrdluslahuse ekstrakti suhtes.

4.4.4.5. Analoogselt mõõdetakse punktis 4.4.3 esitatud pimelahuse ekstrakti neeldumine A_2 butaan-1-ooli suhtes.

NB: Kõik kõnealused toimingud tuleb läbi viia 25 minuti jooksul alates hetkest, kui Erlenmeyeri kolvid asetatakse veevanni temperatuurile 60 °C.

4.4.5. *Kalibreerimiskõver*

4.4.5.1. 50-ml Erlenmeyeri kolbi viiakse:

— 5,00 ml punktis 4.2.15 esitatud lahjendatud standardlahust,

— 5,00 ml pentaan-2,4-diooni reaktiivi (4.2.12),

— demineraliseeritud vett, et lõppmaht oleks 30 ml.

4.4.5.2. Jätkatakse vastavalt punktis 4.4.4 kirjeldatule ja mõõdetakse neeldumine butaan-1-ooli (4.2.4) suhtes.

4.4.5.3. Korratakse protseduuri 10, 15, 20 ja 25 ml lahjendatud standardlahusega (4.2.15).

4.4.5.4. Nullväärtuse saamiseks (vastavalt reaktiivide värvusele) jätkatakse punktis 4.4.4.5 kirjeldatud viisil.

4.4.5.5. Kalibreerimiskõver konstrueeritakse pärast seda, kui kõigist punktide 4.4.5.1 ja 4.4.5.3 kohaselt saadud neeldumistest lahutatakse null-väärtus. Beeri seadus kehtib kuni 30 µg suuruse formaldehuudi sisalduse puhul.

4.5. **Arvutamine**

4.5.1. A_1-st lahutatakse A_2 ja kalibreerimiskõveralt (4.4.5.5) loetakse proovilahuse (4.4.1) formaldehüüdisisaldus C mikrogrammides.

4.5.2. Proovi formaldehüüdisisaldus massiprotsentides arvutatakse järgmise valemis abil:

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

kus:

m = katsekoguse mass grammides.

4.6. **Korratavus** [1]

Kui formaldehüüdisisaldus on 0,2 %, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe olla pentaal-2,4-diooniga kolorimeetriliselt määramise puhul olla suurem kui 0,005 %.

Kui vaba formaldehüüdi määramisel saadud tulemus on suurem direktiiviga 76/768/EMÜ ettenähtud maksimumsisaldusest, st:

a) 0,05–0,2 % märgistamata tootes;

b) üle 0,2 % märgistatud või märgistamata tootes,

tuleb kohaldada järgmises punktis 5 kirjeldatud meetodit.

5. MÄÄRAMINE FORMALDEHÜÜDI DOONORITE JUURESOLEKUL

5.1. **Põhimõte**

Eraldatud formaldehüüd muudetakse pentaan-2,4-diooniga kollaseks lutidiini derivaadiks kolonnijärgses reaktoris ja saadud derivaadi neeldumine mõõdetakse 420 nm juures.

5.2. **Reaktiivid**

Kõik reaktiivid peaksid olema analüütiliselt puhtad ja vesi peab olema demineraliseeritud.

5.2.1. Vesi, puhas kõrgefektiivse vedelikkromatograafia (*HPLC*) jaoks või samaväärne.

5.2.2. Veevaba ammooniumatsetaat.

5.2.3. Kontsentreeritud äädikhape.

5.2.4. Pentaan-2,4-dioon (hoitud temperatuuril 4 °C).

5.2.5. Veevaba dinaatriumfosfaat.

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

5.2.7. Metanool, puhas *HPLC* jaoks.

5.2.8. Diklorometaan.

5.2.9. 37–40-massi/mahu% formaldehüüd.

5.2.10. Naatriumhüdroksiid, 1 M.

5.2.11. Soolhape, 1 M.

5.2.12. Soolhape, 0,002 M.

5.2.13. Tärkliselahus, värskelt valmistatud Euroopa Farmakopöa järgi (vt punkt 4.2.8).

5.2.14. Joodi standardlahus, 0,05 M.

5.2.15. Naatriumtiosulfaadi standardlahus, 0,1 M.

5.2.16. *Liikuv faas:*

0,006 M dinaatriumfosfaadi (5.2.5) vesilahus, mille pH on ortofosforhappega (5.2.6) viidud 2,1-ni.

5.2.17. *Kolonnijärgne reaktiiv:*

1 000-ml mõõtekolvis lahustatakse:

— 62,5 g ammooniumatsetaati (5.2.2),

— 7,5 ml äädikhapet (5.2.3),

— 5 ml pentaan-2,4-diooni (5.2.4).

Täiendatakse veega (5.2.1) 1 000 ml-ni.

Kõnealust reaktiivi hoitakse pimedas.

Säilitusaeg: maksimaalselt kolm päeva temperatuuril 25 °C.

Värvus ei tohi muutuda.

5.2.18. *Formaldehüüdi standard: põhilahus*

10 g formaldehüüdi (5.2.9) valatakse 1 000-ml mõõtekolbi ja täiendatakse veega 1 000 ml-ni.

Lahuse kontsentratsioon määratakse järgmiselt:

eemaldatakse 5,00 ml; lisatakse 25,00 ml joodi standardlahust (5.2.14) ja 10,00 ml naatriumhüdroksiidi lahust (5.2.10).

Lastakse seista viis minutit.

Hapestatakse 11,00 ml soolhappega (5.2.11) ja tiitritakse joodi standardlahuse liig naatriumtiosulfaadi standardlahusega (5.2.15), kasutades indikaatorina tärkliselahust (5.2.13).

1 ml joodilahust (5.2.14) on samaväärne 1,5 mg formaldehüüdiga.

[1] Standard ISO 5725.

5.2.19. *Formaldehüüdi standard: lahjendatud lahus*

Põhilahust lahjendatakse 100 korda liikuva faasiga (5.2.16).

1 ml kõnealust lahust sisaldab umbes 37 mg formaldehüüdi.

Arvutatakse täpne sisaldus.

5.3. **Seadmed**

5.3.1. Tavalised laboriseadmed.

5.3.2. *HPLC* pump, pulseerimisvaba.

5.3.3. Madalsurvepump, pulseerimisvaba, reaktiivide jaoks (või teine *HPLC* pump).

5.3.4. Sissepritseventiil, 10-µl silmusega.

5.3.5. Kolonnijärgne reaktor, milles on järgmised osad:

+ üks 1-liitrine kolmkaelkolb,
+ üks 1-liitrine kolvikuumuti,
+ kaks *Vigreux*' kolonni, vähemalt 10 taldrikuga, kaks neist õhkjahutusega,
+ roostevabast terasest 1,6-mm toru (soojavahetuseks) – siseläbimõõt 0,23 mm, pikkus = 400 mm,
+ 1,6-mm teflontoru – siseläbimõõt 0,30 mm, pikkus 5 m (*French knitting* – vt 1. liide),
+ üks tühimahuta T-kolmik (*Valco* või samaväärne),
+ kolm tühimahuta ühendlüli.

Või: üks 1-ml reaktoriga varustatud kolonnijärgne moodul, *Applied Biosystems PCRS 520* või samaväärne.

5.3.6. Membraanfilter, poori suurusega 0,45 µm.

5.3.7. SEP-PAK^{R} C_{18}-kolonn või samaväärne.

5.3.8. Kasutusvalmis kolonnid:

— *Bischoff hypersil RP 18* (tüüp NC, viitenumber C 25.46 1805)
(5 µm, pikkus = 250 mm, siseläbimõõt = 4,6 mm),

— või Dupont, Zorbax ODS
(5 µm, pikkus = 250 mm, siseläbimõõt = 4,6 mm),

— või Phase SEP, spherisorb ODS 2
(5 µm, pikkus = 250 mm, siseläbimõõt = 4,6 mm).

5.3.9. *Eelkolonn*

Bischoff K_1 hypersil RP 18 (viitenumber K1 G 6301 1805)

(5 µm, pikkus = 10 mm, või samaväärne).

5.3.10. Kolonn ja eelkolonn on ühendatud *Ecotube*-süsteemi (viitenumber A 15020508 *Bischoff*) või samaväärse abil.

5.3.11. Aparaat (5.3.5) pannakse kokku vastavalt 2. liites esitatud plokkskeemile.

Sissepritseventiilijärgsed ühendused peavad olema võimalikult lühikesed. Sel juhul on reaktori väljundi ja detektori sisendi vahel asuv roostevabast terasest toru ette nähtud segu jahutamiseks enne määramist ning detektori temperatuur ei ole teada, kuid see on konstantne.

5.3.12. UV-VIS detektor.

5.3.13. Isekirjuti.

5.3.14. Tsentrifuug.

5.3.15. Ultrahelivann.

5.3.16. Vibrosegisti (*vortex* või samaväärne).

5.4. **Analüüsi käik**

5.4.1. *Kalibreerimiskõver*

Kõvera konstrueerimisel võetakse aluseks piikide kõrgused lahjendatud formaldehüüdistandardi sisalduse suhtes.

Standardlahuste valmistamiseks lahjendatakse formaldehüüdi võrdluslahust (5.2.19) liikuva faasiga (5.2.16):

— 1,00 ml lahust (5.2.19) lahjendatakse 20,00 ml-ni (umbes 185 µg/100 ml),

— 2,00 ml lahust (5.2.19) lahjendatakse 20,00 ml-ni (umbes 370 µg/100 ml),

— 5,00 ml lahust (5.2.19) lahjendatakse 25,00 ml-ni (umbes 740 µg/100 ml),

— 5,00 ml lahust (5.2.19) lahjendatakse 20,00 ml-ni (umbes 925 µg/100 ml).

Standardlahuseid hoitakse üks tund laboritemperatuuril ja need peavad olema värskelt valmistatud.

Kalibreerimisgraafik on lineaarne, kui sisaldus on 1,00–15,00 µg/ml.

5.4.2. *Proovide ettevalmistamine*

5.4.2.1. Emulsioonid (kreemid, jumestuse alused, silmalainerid)

100-ml suletavasse mõõtekolbi kaalutakse täpsusega 0,001 g uuritavat proovi sellises koguses (m grammi), milles on eeldatavalt 100 µg formaldehüüdi. Lisatakse 20,00 ml diklorometaani (5.2.8) ja 20,00 ml soolhapet (5.2.12) täpselt mõõdetuna. Segatakse vibrosegistil (5.3.16) ja ultrahelivannis (5.3.15). Kaks faasi eraldatakse tsentrifuugimise teel (3 000 g^n kaks minutit). Vahepeal pestakse SEP-kolonn (5.3.7) 2 ml metanooliga (5.2.7) ja seejärel konditsioneeritakse 5 ml veega (5.2.1).

4 ml ekstrakti vesifaasi lastakse läbi konditsioneeritud SEP-kolonni, visatakse ära esimesed 2 ml ja kogutakse kokku järgmine fraktsioon.

5.4.2.2. Losjoonid, šampoonid

100-ml suletavasse mõõtekolbi kaalutakse täpsusega 0,001 g uuritavat proovi sellises koguses (m grammi), milles on eeldatavalt 500 µg formaldehüüdi.

Täiendatakse liikuva faasiga (5.2.16) 100 ml-ni.

Lahus filtreeritakse läbi filtri (5.3.6) ja lastakse läbi eelnevalt kirjeldatud viisil (5.4.2.1) konditsioneeritud SEP-kolonni (5.3.7). Kõiki lahuseid tuleb süstida vahetult pärast valmistamist.

5.4.3. *Kromatografeerimistingimused*

— Liikuva faasi voolukiirus: 1 ml minutis,

— reaktiivi voolukiirus: 0,5 ml minutus,

— üldine voolukiirus detektori väljundis: 1,5 ml minutis,

— süstitav maht: 10 µl,

— elueerimistemperatuur: juhul kui ainete lahutamine on raske, pannakse kolonn sulava jää vanni: oodatakse, kuni temperatuur stabiliseerub (15–20 minutit),

— kolonnijärgse reaktsiooni temperatuur: 100 °C,

— määramine: 420 nm juures.

NB: Kogu kromatograafiasüsteem ja järelkolonn tuleb pärast kasutamist veega (5.2.1) läbi pesta. Kui süsteemi ei ole kasutatud rohkem kui kaks päeva, tuleb lisaks veega pesemisele pesta ka metanooliga (5.2.7). Enne süsteemi konditsioneerimist lastakse sellest vesi läbi, et vältida rekristalliseerumist.

5.5. **Arvutamine**

Emulsioonid: (5.4.2.1):

Formaldehüüdisisaldus massiprotsentides:

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

Losjoonid, šampoonid:

Sel juhul on valem järgmine:

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

kus:

m = analüüsitava proovi mass grammides (5.4.2.1),

C = formaldehüüdi sisaldus mikrogrammides 100 ml kohta kalibreerimisgraafiku (5.4.1) järgi.

5.6. **Korratavus** ([1])

Kui formaldehüüdisisaldus on 0,05 %, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe ületada 0,001 %.

Kui formaldehüüdisisaldus on 0,2 %, ei tohiks ühest ja samast proovist samaaegselt tehtud kahe määramise tulemuste vahe ületada 0,005 %.

([1]) Standard ISO 5725.

1. liide

FRENCH KNITTING'U JUHEND

VAJALIKUD ABIVAHENDID

— Üks puitpool:

välisläbimõõt 5 cm, keskel ava läbimõõduga 1,5 cm. Lüüakse sisse neli terasnaela (nagu näidatud joonistel 1 ja 2). Naeltevaheline kaugus peab olema 1,8 cm ja need peavad olema avast 0,5 cm kaugusel,

— üks jäik nõel (heegelnõela tüüpi) teflontorust silmuste tegemiseks,

— 5 m 1,6-mm teflontoru, siseläbimõõt 0,3 mm.

TÖÖ KÄIK

French knitting'u alustamiseks tuleb teflontoru ajada läbi pooliava ülevalt alla (jättes umbes 10 cm toru pooli alt välja, mis võimaldab valmiskootud osa kudumise käigus läbi pooliava sisse tõmmata); seejärel keritakse toru järgemööda ümber nelja naela joonisel 3 näidatud viisil.

French knitting'u ülemine ja alumine ots kaitstakse metallrõngaste ja survekruvidega; tuleb jälgida, et teflontoru ei vigastataks kruvide pingutamisel. Toru keeratakse teist korda ümber iga naela ja "pisted" tehakse järgmiselt:

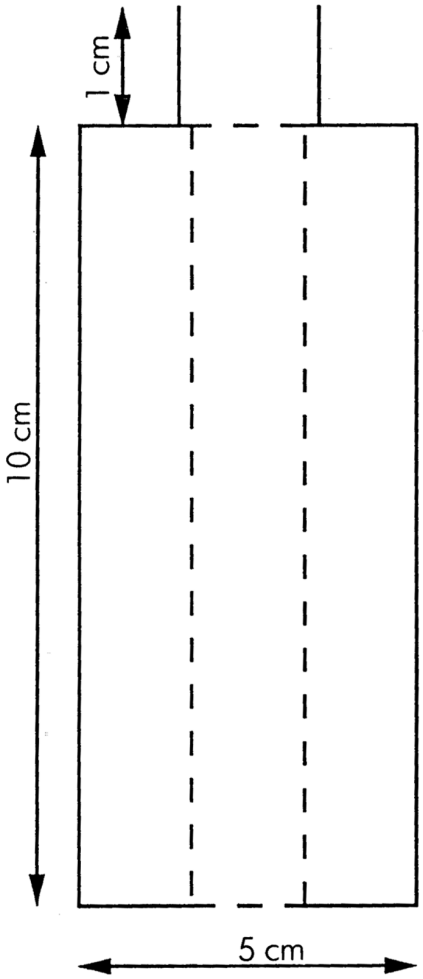
— alumine toru tõstetakse konksuga üle ülemise toru (vt joonis 4). Seda korratakse järjekorras iga naela puhul (1, 2, 3, 4 vastupäeva), kuni 5 m on ära kulutatud või on saavutatud soovitud kudumipikkus.

Umbes 10 cm jäetakse kudumiahela sulgemiseks. Toru aetakse läbi kõigist neljast silmusest ja tõmmatakse õrnalt, et ahela ots sulguks.

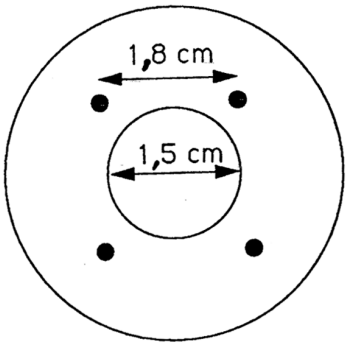
NB: Müüakse ka tööstuslikult valmistatud *French knitting*'ut kolonnijärgsete reaktorite jaoks (*Supelco*).

Pooli skemaatiline joonis

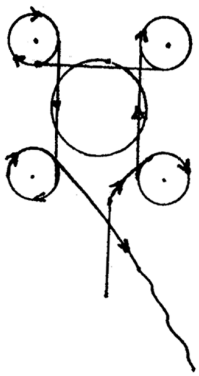
Joonis 1



Joonis 2

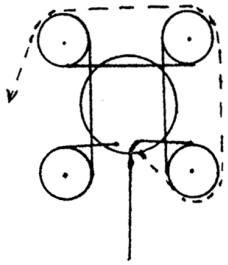


Joonis 3



Esimene toru

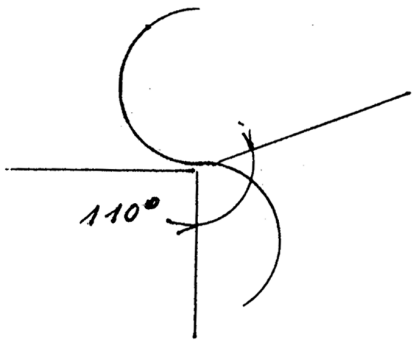
Joonis 4



Teine toru

"Piste" tegemiseks tõstetakse alumine toru (pidev joon) üle teise toru (punktiirjoon).

Joonis 5



2. liide

1 = *HPLC* pump
2 = Sissepritseventiil
3 = Kolonn koos eelkolonniga
4 = Reaktiivipump
5 = T-kolmik, tühimahuta
5' = T-kolmik (*Vortex*)
6–6' = Tühimahuta ühendus
7 = *French knitting*
7' = Reaktor
8 = Kolmkaelkolb koos keeva veega
9 = Kolvi kuumuti
10 = Jahuti
11 = Roostevabast terasest soojusvaheti toru
11' = Soojusvaheti
12 = UV-VIS detektor
13 = Kolonnijärgne moodul *PCRS 520*.

