31990L0207

KOMISIJAS DIREKTĪVA

(1990. gada 4. aprīlis),

ar kuru groza Otro Direktīvu 82/434/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz analīzes metodēm, kas vajadzīgas, lai pārbaudītu kosmētikas līdzekļu sastāvu

(90/207/EEK)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

tā kā Komisijas 1982. gada 14. maija Otrajā Direktīvā 82/434/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz analīzes metodēm, kas vajadzīgas, lai pārbaudītu kosmētikas līdzekļu sastāvu [1], ir noteikta kopēja analīzes metode brīvā formaldehīda kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai;

tā kā, ņemot vērā jaunus zinātniskos un tehniskos datus, šī analīzes metode ir jāgroza;

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar atzinumu, ko sniegusi Komiteja to direktīvu pielāgošanai tehnikas attīstībai, kuras attiecas uz tehnisko šķēršļu atcelšanu kosmētiskas līdzekļu tirdzniecībā,

IR PIEŅĒMUSI ŠO LĒMUMU.

1. pants

Direktīvas 82/434/EEK pielikuma IV nodaļu aizstāj ar šīs direktīvas pielikumā norādīto tekstu.

2. pants

Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvie un administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības vēlākais līdz 1990. gada 31. decembrim. Par to dalībvalstis tūlīt informē Komisiju.

Saskaņā ar pirmo daļu pieņemtie noteikumi attiecas konkrēti uz šo direktīvu.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1990. gada 4. aprīlī

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

Karel VAN MIERT

[1] OV L 185, 30.6.1982., 1. lpp.

PIELIKUMS

"IV. **BRĪVĀ FORMALDEHĪDA KVALITATĪVA UN KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA**

1. MĒRĶIS UN JOMA

Šī metode izklāsta kvalitatīvo un kvantitatīvo noteikšanu atbilstīgi formaldehīda donoru klātbūtnei vai neesībai. Tā piemērojama visiem kosmētikas līdzekļiem.

1.1. **Kvalitatīva noteikšana**

1.2. **Vispārēja kvantitatīva noteikšana ar pentān-2,4-diona kolorimetriju**

Šo metodi piemēro, ja formaldehīdu izmanto vienu pašu vai kopā ar citiem konservantiem, kas nav formaldehīda donori.

Ja tas tā nav un ja rezultāts pārsniedz maksimālo atļauto koncentrāciju, jāizmanto šāda apstiprināšanas metode.

1.3. **Kvantitatīva noteikšana formaldehīda donoru klātbūtnē**

Iepriekšminētajā metodē (1.2. iedaļa) atvasināšanas laikā formaldehīda donori atšķeļas un dod pārāk augstus rezultātus (saistītais un polimērais formaldehīds).

Šķidrumu hromatogrāfijā jāatdala brīvais formaldehīds.

2. DEFINĪCIJA

Ar šo metodi kvantitatīvi noteikta brīvā formaldehīda saturu paraugā izsaka masas procentos.

3. KVALITATĪVA NOTEIKŠANA

3.1. **Princips**

Brīvais un saistītais formaldehīds sērskābes vidē Šifa reaģentu nokrāso rozā vai gaišsārti violetu.

3.2. **Reaģenti**

Visiem reaģentiem jābūt analīzēm/analītiski tīriem, un ūdenim jābūt demineralizētam.

3.2.1. Fuksīns

3.2.2. Nātrija sulfīts, hidratēts līdz $7H_2O$

3.2.3. Koncentrēta sālsskābe (d = 1,19)

3.2.4. Sērskābe, aptuveni 1M

3.2.5. *Šifa reaģents:*

100 mg fuksīna (3.2.1. iedaļa) iesver vārglāzē un izšķīdina 75 ml ūdens 80 °C. Pēc atdzesēšanas pievieno 2,5 g nātrija sulfīta (3.2.2. iedaļa). Uzpilda līdz 100 ml.

Izlietot divās nedēļās.

3.3. **Darba gaita**

3.3.1. Iesver 2 g parauga 10 ml vārglāzē.

3.3.2. Pievieno divus pilienus sērskābes (3.2.4. iedaļa) un 2 ml Šifa reaģenta (3.2.5. iedaļa). Šim reaģentam lietošanas laikā jābūt pilnīgi bezkrāsainam.

Sakrata un atstāj uz piecām minūtēm.

3.3.3. Ja šajās piecās minūtēs novēro rozā vai gaišsārti violetu krāsojumu, tad šķīdumā ir formaldehīds koncentrācijā, kas pārsniedz 0,01 %, un tas kvantitatīvi jānosaka ar 4. iedaļā aprakstīto brīvo un saistīto metodi un – vajadzības gadījumā – 5. iedaļā aprakstīto procedūru.

4. VISPĀRĒJA KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA AR PENTĀN-2,4-DIONA KOLORIMETRIJU

4.1. **Princips**

Formaldehīds amonija acetāta klātbūtnē reaģē ar pentān-2,4-dionu, veidojot 3,5-diacetil-1,4-dihidrolutidīnu. To ekstrahē ar butān-1-olu, un izmēra ekstrakta absorbciju 410 nm līmenī.

4.2. **Reaģenti**

Visiem reaģentiem jābūt analīzēm, un ūdenim jābūt demineralizētam.

4.2.1. Bezūdens amonijs, acetāts

4.2.2. Koncentrēta etiķskābe, d^{20}_{4} = 1,05

4.2.3. Pentān-2,4-dions, kas ir tikko destilēts pazeminātā spiedienā 25 mm Hg 25°– tam nedrīkstētu absorbēt 410 nm līmenī.

4.2.4. Butān-1-ols

4.2.5. Sālsskābe, 1 M

4.2.6. Sālsskābe, aptuveni 0,1 M

4.2.7. Nātrija hidroksīds, 1 M

4.2.8. Izšķīdināta ciete, kas tikko pagatavota saskaņā ar Eiropas Farmakopeju (1 g/50 ml ūdens), 2. izdevums, 1980. gads, I-VII-1-1 daļa.

4.2.9. 37 līdz 40 % m/V formaldehīda

4.2.10 Joda standartšķīdums, 0,05 M

4.2.11. Nātrija tiosulfāta standartšķīdums, 0,1 M

4.2.12 *Pentān-2,4-diona reaģents*

Mērkolbā ar 1000 ml ietilpību izšķīdina:

— 150 g amonija acetāta (4.2.1. iedaļa),

— 2 ml pentān-2,4-diona (4.2.3. iedaļa),

— 3 ml etiķskābes (4.2.2. iedaļa).

Uzpilda ar ūdeni līdz 1000 ml (šķīduma pH ir aptuveni 6,4).

Šim reaģentam jābūt tikko pagatavotam.

4.2.13. Reaģents (4.2.12. iedaļa) bez pentān-2,4-diona

4.2.14 *Formaldehīda references standarts: standartšķīdums*

5 g formaldehīda (4.2.9. iedaļa) ielej mērkolbā ar 1000 ml ietilpību un uzpilda ar ūdeni līdz 1000 ml.

Šā šķīduma stiprumu nosaka šādi:

nolej 10,00 ml; pievieno 25,00 ml joda standartšķīduma (4.2.10. iedaļa) un 10,00 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.2.7. iedaļa).

Ļauj nostāties piecas minūtes.

Paskābina ar 11,00 ml HCl (4.2.5. iedaļa) un kvantitatīvi nosaka joda pārākumu ar nātrija tiosulfāta standartšķīdumu (4.2.11. iedaļa), par rādītāju izmantojot izšķīdinātu cieti (4.2.8. iedaļa).

1 ml 0,05 M joda (4.2.10. iedaļa), ko patērē, ir līdzvērtīgs 1,5 mg formaldehīda;

4.2.15. *Formaldehīda references standarts: atšķaidīts šķīdums*

Formaldehīda standartšķīdumu secīgi atšķaida ar ūdeni 1/20 un tad 1/100.

1 ml šā šķīduma satur apmēram 1 mg formaldehīda.

Aprēķina reālo daudzumu.

4.3. **Aparatūra**

4.3.1. Standarta laboratorijas iekārta

4.3.2. Fāzu atdalīšanas filtrs, Vatmaņa papīrs 1 PS (vai līdzvērtīgs)

4.3.3. Centrifūga

4.3.4. Ūdens vanna, kurā temperatūra noregulēta uz 60 °C

4.3.5. Spektrofotometrs

4.3.6. Stikla kivetes ar optiskā ceļa garumu 1 cm

4.4. **Darba gaita**

4.4.1. *Parauga šķīdums*

100 ml mērkolbā ar 0,001 g precizitāti iesver analizējamā parauga daudzumu (gramos), kas atbilst iepriekš pieņemtam aptuvenam 150 µg formaldehīda daudzumam.

Uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni un sajauc (S šķīdums).

(Pārbauda, lai pH būtu tuvu 6; ja tas tā nav, atšķaida sālsskābes šķīdumā (4.2.6. iedaļa).)

Erlenmeijera 50 ml kolbā pievieno:

— 10,00 ml S šķīduma,

— 5,00 ml pentān-2,4-diona reaģenta (4.2.12. iedaļa),

— demineralizētu ūdeni, ko uzpilda līdz 30 ml.

4.4.2. *Kontrolšķīdums*

Ar šo kontrolšķīdumu analizējamā paraugā likvidē iespējamu traucējošu fona krāsas iedarbību.

Erlenmeijera 50 ml kolbā pievieno:

— 10,00 ml S šķīduma,

— 5,00 ml reaģenta (4.2.13. iedaļa),

— demineralizētu ūdeni, ko uzpilda līdz 30 ml.

4.4.3. *Tukšā analīze*

Erlenmeijera 50 ml kolbā pievieno:

— 5,0 ml pentān-2,4-diona reaģenta (4.2.12. iedaļa),

— demineralizētu ūdeni, ko uzpilda līdz 30 ml.

4.4.4. *Kvantitatīva noteikšana*

4.4.4.1. Sakrata maisījumus, kas norādīti 4.4.1., 4.4.2. un 4.4.3. iedaļā. Erlenmeijera kolbas precīzi uz 10 minūtēm iegremdē ūdens vannā 60 °C. Ļauj atdzist divas minūtes vannā ar ledus ūdeni.

4.4.4.2 Pārnes uz 50 ml atdalāmajām piltuvēm, kurās ir 10 ml butān-1-ola (4.2.4. iedaļa). Katru kolbu izskalo ar 3 līdz 5 ml ūdens. Precīzi 30 sekundes maisījumu stipri krata. Ļauj tam sadalīties.

4.4.4.3. Caur fāzu sadalīšanas filtru butān-1-ola fāzi iefiltrē mērkivetēs (4.3.2. iedaļa). Var izmantot arī centrifugēšanu (3 000 g_n uz piecām minūtēm).

4.4.4.4. Izmēra 4.4.1. iedaļā norādītā parauga šķīduma ekstrakta absorbciju A_1 410 nm līmenī un salīdzina ar kontrolšķīduma (4.4.2. iedaļa) ekstraktu.

4.4.4.5. Līdzīgi izmēra tukšā šķīduma ekstrakta (4.4.3. iedaļa) absorbciju A_2 un salīdzina ar butān-1-olu.

NB. Visas šīs darbības jāveic 25 minūtēs, skaitot no brīža, kad Erlenmeijera kolbas ieliek ūdens vannā 60 °C.

4.4.5. *Kalibrēšanas līkne*

4.4.5.1. Erlenmeijera 50 ml kolbā ielej:

— 5,00 ml atšķaidīta standartšķīduma, kas norādīts 4.2.15. iedaļā,

— 5,00 ml pentān-2,4-diona reaģenta (4.2.12. iedaļa),

— demineralizētu ūdeni, ko uzpilda līdz 30 ml.

4.4.5.2. Turpina, kā izklāstīts 4.4.4. iedaļā, un izmēra absorbciju, salīdzinot to ar butān-1-olu (4.2.4. iedaļa).

4.4.5.3. Atkārto procedūru ar 10, 15, 20 un 25 ml atšķaidīta standartšķīduma (4.2.15. iedaļa).

4.4.5.4. Lai iegūtu nullpunkta vērtību (atbilstoši reaģentu krāsojumam), rīkojas, kā norādīts 4.4.4.5. iedaļā.

4.4.5.5. Kalibrēšanas līkni konstruē, atņemot nullpunkta vērtību no katras absorbcijas, kas iegūta saskaņā ar 4.4.5.1. un 4.4.5.3. iedaļu. Bēra likums ir spēkā, ja formaldehīds nepārsniedz 30 µg.

4.5. **Aprēķini**

4.5.1. Atņem A_2 no A_1, un no kalibrēšanas līknes (4.4.5.5. iedaļa) nolasa C daudzumu mikrogramos analizējamā šķīdumā (4.4.1. iedaļa).

4.5.2. Formaldehīda saturu paraugā (% m/m) aprēķina ar šādas formulas palīdzību: 1.2.3

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

kur

m = testa porcijas masa gramos.

4.6. **Atkārtojamība** [1]

Ja formaldehīda saturs ir 0,2 %, tad no viena parauga divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpība nedrīkstētu pārsniegt 0,005 %, nosakot ar pentān-2,4-diona kolorimetriju.

Ja brīvā formaldehīda kvantitatīvajā noteikšanā iegūst rezultātus, kas ir lielāki par maksimālajām koncentrācijām, kuras paredzētas Direktīvā 76/768/EEK, t.i.:

a) no 0,05 % līdz 0,2 % nemarķētā produktā;

b) produktā, kas ir vai nav marķēts, koncentrācija ir lielāka par 0,2 %,

tad jārīkojas saskaņā ar turpmāk 5. iedaļā izklāstīto darba gaitu.

5. KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA FORMALDEHĪDA DONORU KLĀTBŪTNĒ.

5.1. **Princips**

Atdalīto formaldehīdu pārnes dzeltenā lutidīna atvasinājumā, izmantojot reakciju ar pentān-2,4-dionu pēckolonnas reaktorā, un iegūto atvasinājumu nosaka pēc absorbcijas 420 nm līmenī.

5.2. **Reaģenti**

Visiem reaģentiem jābūt analīzēm, un ūdenim jābūt demineralizētam.

5.2.1. HPLC tīrības pakāpes ūdens vai līdzvērtīgas kvalitātes ūdens

5.2.2. Bezūdens amonija acetāts

5.2.3. Koncentrēta etiķskābe

5.2.4. Pentān-2,4-dions (glabāts 4 °C)

5.2.5. Bezūdens dinātrija fosfāts

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

5.2.7. HPLC tīrības pakāpes metanols

5.2.8. Dihlormetāns

5.2.9. 37 līdz 40 % m/V formaldehīda

5.2.10. Nātrija hidroksīds, 1 M

5.2.11. Sālsskābe, 1 M

5.2.12. Sālsskābe, 0,002 M

5.2.13. Izšķīdināta ciete, kas tikko pagatavota saskaņā ar Eiropas Farmakopeju (sk. 4.2.8. iedaļu).

5.2.14. Joda standartšķīdums, 0,05 M

5.2.15. Nātrija tiosulfāta standartšķīdums, 0,1 M.

5.2.16. *Kustīgā fāze:*

nātrija fosfāta ūdens šķīdums (5.2.5. iedaļa), 0,006 M, kas koriģēts līdz pH 2,1 ar ortofosforskābi (5.2.6. iedaļa)

5.2.17. *Pēckolonnas reaģents*

Mērkolbā ar 1000 ml ietilpību izšķīdina:

— 62,5 g amonija acetāta (5.2.2. iedaļa),

— 7,5 ml etiķskābes (5.2.3. iedaļa),

— 5 ml pentān-2,4-diona (5.2.4. iedaļa).

Uzpilda ar ūdeni (5.2.1. iedaļa) līdz 1000 ml.

Šo reaģentu turēt tumšā vietā.

Uzglabāšanas laiks: maksimālais, trīs dienas 25 °C.

Nedrīkstētu būt krāsas izmaiņu.

5.2.18. *Formaldehīda references standarts: standartšķīdums.*

10 g formaldehīda (5.2.9. iedaļa) ielej mērkolbā ar 1 000 ml ietilpību un uzpilda ar ūdeni līdz 1 000 ml.

Šā šķīduma stiprumu nosaka šādi:

nolej 5,00 ml; pievieno 25,00 ml joda standartšķīduma (5.2.14. iedaļa) un 10,00 ml nātrija hidroksīda šķīduma (5.2.10. iedaļa).

Ļauj nostāties piecas minūtes.

Paskābina ar 11,00 ml HCl (5.2.11. iedaļa) un ar nātrija tiosulfāta standartšķīdumu (5.2.15. iedaļa) titrē joda standartšķīduma pārākumu, par rādītāju izmantojot izšķīdinātu cieti (5.2.13. iedaļa).

1 ml joda šķīdums (5.2.14. iedaļa) ir ekvivalents 1,5 g formaldehīda

[1] ISO 5725

5.2.19. *Formaldehīda references standarts: atšķaidīts šķīdums*

Standartšķīdumu atšķaida līdz $^{1}/_{100}$ tā izejas šķīduma kustīgajā fāzē (5.2.16. iedaļa).

1 ml šā šķīduma satur apmēram 37 mg formaldehīda.

Aprēķina reālo daudzumu.

5.3. **Aparatūra**

5.3.1. Standarta laboratorijas iekārta

5.3.2. HPCL sūknis bez vibrācijas

5.3.3. Zemspiediena, nevibrējošs sūknis reaģentam (vai otrs HPLC sūknis)

5.3.4. Inžektora vārsts ar 10 ml cilpu

5.3.5. Pēckolonnas reaktors ar šādām sastāvdaļām:

+ viena 1 litra trīskaklu kolba,

+ viens 1 litra kolbas sildītājs,

+ divas Vigrē kolonnas ar vismaz 10 šķīvjiem, no kuriem divi ir dzesējami ar gaisu,

+ nerūsējošā tērauda caurule (siltuma apmaiņai) 1,6 mm, iekšējais diametrs – 0,23 mm, garums – 400 mm,

+ teflona caurule 1,6 mm, iekšējais diametrs – 0,30 mm, garums – 5 m (reakcijas cilpa) (sk. 1. pielikumu),

+ viena T-veida daļa bez mirušā tilpuma (Valko vai līdzvērtīga),

+ trīs savienojumi bez mirušā tilpuma

vai: viena pēckolonnas uzmava *Applied Biosystems PCRS 520* vai līdzvērtīga, kas aprīkota ar 1 ml reaktoru

5.3.6. Membrānfiltrs, kura poru lielums ir 0,45 mm

5.3.7. SEP-PAK^{R} C_{18} kārtridžs vai līdzvērtīgs

5.3.8. Gatavas kolonnas:

— *Bischoff hypersil RP 18* (veida NC norāde C 25.46 1805)
(5 μm, garums = 250 mm, iekšējais diametrs = 4,6 mm),

— vai *Dupont, Zorbax ODS*
(5 μm, garums = 250 mm, iekšējais diametrs = 4,6 mm),

— vai *Phase SEP, spherisorb ODS 2*
(5 μm, garums = 250 mm, iekšējais diametrs = 4,6 mm).

5.3.9 *Pirmskolonna*

Bischoff K_{1} hypersil RP 18 (norāde K1 G 6301 1805)

(5 μm, garums = 10 mm vai līdzvērtīga)

5.3.10 Kolonna un priekškolonna ir savienotas ar *Ecotube* sistēmu (norāde *A 15020508 Bischoff*) vai līdzvērtīgu.

5.3.11. Ierīci (5.3.5. iedaļa) komplektē, kā parādīts blokshēmā 2. papildinājumā.

Savienojumi pēc iešprices tilpuma jāsaglabā, cik iespējams īsu brīdi. Šādā gadījumā nerūsējošā tērauda caurule starp reaktora izeju un detektora ieeju ir domāta, lai atdzesētu maisījumu pirms kvantitatīvas noteikšanas, un temperatūra detektorā nav zināma, bet ir nemainīga.

5.3.12. Redzams UV detektors

5.3.13. Pašrakstītājs

5.3.14. Centrifūga

5.3.15 Ultraskaņas vanna

5.3.16. Vibrācijas tipa maisītājs (virpuļmaisītājs vai līdzvērtīgs)

5.4. **Procedūra**

5.4.1. *Kalibrēšanas līkne*

To iegūst, uzzīmējot pīķa augstumus, kas ir formaldehīda references standarta – atšķaidīta – koncentrācijas funkcija.

Sagatavo standartšķīdumus, formalehīda standartšķīdumu (5.2.19. iedaļa) atšķaidot ar kustīgo fāzi (5.2.16. iedaļa):

— 1,00 ml šķīduma (5.2.19. iedaļa), ko atšķaida līdz 20,00 ml (aptuveni 185 μg/100 ml),

— 2,00 ml šķīduma (5.2.19. iedaļa), ko atšķaida līdz 20,00 ml (aptuveni 370 μg/100 ml),

— 5,00 ml šķīduma (5.2.19. iedaļa), ko atšķaida līdz 25,00 ml (aptuveni 740 μg/100 ml),

— 5,00 ml šķīduma (5.2.19. iedaļa), ko atšķaida līdz 20,00 ml (aptuveni 925 μg/100 ml).

Šos standartšķīdumus nostādina vienu stundu laboratorijas temperatūrā, un tiem jābūt tikko pagatavotiem.

Kalibrācijas līknes linearitāte ir laba koncentrācijām no 1,00 līdz 15,00 μg/ml.

5.4.2. *Paraugu pagatavošana*

5.4.2.1. Emulsijas (krēmi, grims, kontūrzīmuļi)

Aizkorķētā 100 ml kolbā ar 0,001 g precizitāti iesver analizējamā parauga daudzumu (mg), kas atbilst iepriekš pieņemtam 100 µg formaldehīda daudzumam. Pievieno precīzi nomērītus 20,00 ml dihlormetāna (5.2.8. iedaļa) un 20,00 ml sālsskābes (5.2.12. iedaļa). Sajauc ar vibrācijas maisītāju (5.3.16. iedaļa), izmantojot ultraskaņas vannu (5.3.15. iedaļa). Centrifugējot sadala pa divām fāzēm (3 000 g^n divas minūtes). Tikmēr ar 2 ml metanola (5.2.7. iedaļa) nomazgā kārtridžu, pēc tam kondicionē ar 5 ml ūdens (5.2.1. iedaļa).

4 ml ekstrakta ūdens fāzes iztecina cauri kondicionētajam kārtridžam, pirmos 2 ml izlej un nākamo daļu atgūst.

5.4.2.2. Losjoni, šampūni

Aiztaisītā 100 ml kolbā ar 0,001 g precizitāti iesver analizējamā parauga daudzumu (mg), kas atbilst iepriekš pieņemtam aptuvenam 500 µg formaldehīda daudzumam.

Uzpilda līdz 100 ml ar kustīgo fāzi (5.2.16. iedaļa).

Šo šķīdumu izfiltrē caur filtru (5.3.6. iedaļa) un iešļircina vai izlaiž caur kārtridžu (5.3.7. iedaļa), kas kondicionēts tāpat kā iepriekš (5.4.2.1. iedaļa). Visi šķīdumi jāiešļircina tūlīt pēc pagatavošanas.

5.4.3. *Hromatogrāfijas nosacījumi*

— Kustīgās fāzes plūsmas ātrums – 1 ml/min,

— Reaģenta plūsmas ātrums – 0,5 ml/min,

— Kopējais plūsmas ātrums pie detektora izejas – 1,5 ml/min,

— Iešprices daudzums – 10 µl,

— Eluācijas temperatūra. Ja viela grūti sadalās pa fāzēm, iegremdē kolonnu vannā ar kūstošu ledu; gaida, kamēr temperatūra nostabilizējas (15—20 min.),

— Pēckolonnas reakcijas temperatūra – 100 °C,

— Kvantitatīva noteikšana – 420 nm līmenī.

NB. Visa hromatogrāfijas sistēma un pēckolonna pēc lietošanas (5.2.1. iedaļa) jāskalo ar ūdeni. Ja sistēmu nelieto ilgāk par divām dienām, pēc skalošanas ar ūdeni jāskalo ar metanolu (5.2.7. iedaļa). Pirms sistēmas rekondicionēšanas caur to iztecina ūdeni, lai izvairītos no rekristalizācijas.

5.5. **Aprēķins**

Emulsijas – 5.4.2.1. iedaļa

Formaldehīda % saturs (m/m):

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

Losjoni, šampūni

Šajā fāzē ir šāda formula:

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

kur

m = analizētā parauga masa gramos (5.4.2.1. iedaļa),

C = formaldehīda koncentrācija µg/100 ml, ko nolasa no kalibrēšanas līknes (5.4.1. iedaļa).

5.6. **Atkārtojamība** ([1])**.**

No viena parauga ar 0,05 % formaldehīda saturu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpība nedrīkstētu pārsniegt 0,001 %.

No viena parauga ar 0,2 % formaldehīda saturu divās paralēlās kvantitatīvās noteikšanās iegūto rezultātu starpība nedrīkstētu pārsniegt 0,005 %, kas ir vienāds ar 1,5 mg formaldehīda.

([1]) ISO 5725

1. papildinājums

NORĀDĪJUMI ATTIECĪBĀ UZ "REAKCIJAS CILPU"

VAJADZĪGIE PIEDERUMI

— Viena koka spole:

ārējais diametrs 5 cm, tās vidū ir caurums ar diametru 1,5 cm. Iedzen četras tērauda naglas (kā parādīts 1. un 2. attēlā). Attālumam starp abām naglām jābūt 1,8 cm, un tām jāatrodas 0,5 cm no cauruma,

— viena nelokāma adata (tamboradatas tipa), ar ko no teflona caurules var izveidot cilpu,

— 1,6 mm teflona caurule, iekšējais diametrs – 0,3 mm, garums – 5 m.

DARBA GAITA

Lai sāktu veidot "reakcijas cilpu", teflona caurule jāizver caur caurumu spoles vidū no augšas līdz apakšai (atstājot aptuveni 10 cm caurules ārā no spoles apakšas, lai reakcijas cilpas laikā šo ķēdi varētu izvilkt cauri); pēc tam cauruli apvij pēc kārtas ap četrām naglām, kā parādīts 3. attēlā.

Pie ieejas un izejas reakcijas cilpa tiek aizsargāta ar metāla gredzeniem un kompresijas skrūvēm; jāuzmanās, lai nesabojātu teflonu, to cieši savelkot. Apvij cauruli ap katru naglu otru reizi, un veido cilpas šādi:

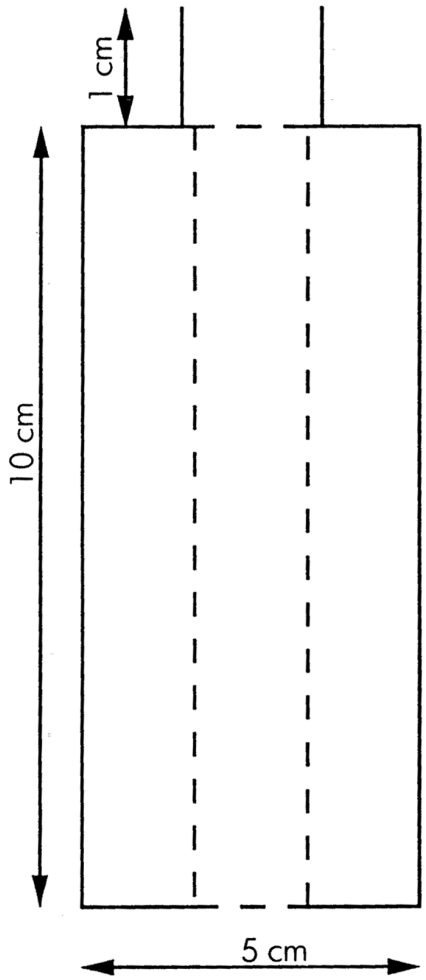
— apakšējo cauruli ar nelokāmo adatu uzceļ virsū virsējai caurulei (sk. 4. attēlu). Šo procesu atkārto uz katras naglas pēc kārtas (1., 2., 3., 4. virzienā pret pulksteņrādītāju), līdz ir izlietoti 5 m vai panākts vēlamais reakcijas cilpas garums.

Atstāj aptuveni 10 cm caurules, ar ko noslēgt ķēdi. Šo cauruli izver cauri visām četrām cilpām un viegli pievelk, lai noslēgtu ķēdes beigas.

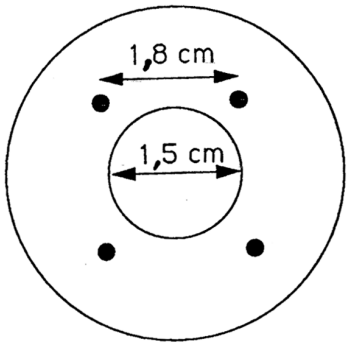
NB. Reakcijas cilpa, kas izgatavota pēckolonnas reaktoriem, ir pieejama pārdošanā (*Supelco*).

Spoles blokshēma.

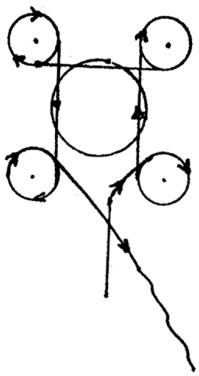
1. attēls.



2. attēls.

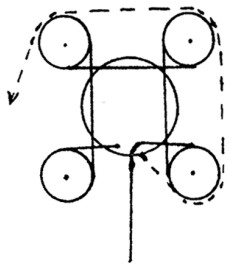


3. attēls.



Pirmā caurule.

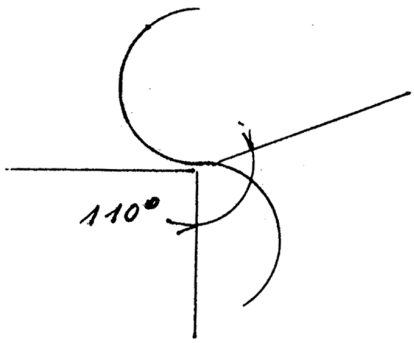
4. attēls.



Otrā caurule.

Lai izveidotu "cilpu", apakšējo cauruli (nepārtraukta līnija) pārceļ pāri otrai caurulei (raustīta līnija).

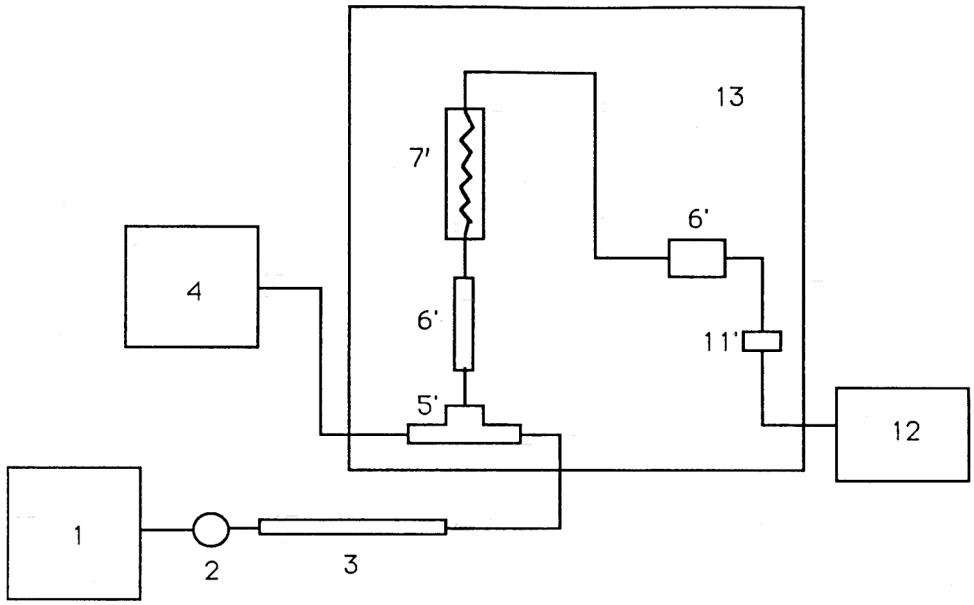
5. attēls.



2. papildinājums

1 = HPLC sūknis
2 = Inžektora vārsts
3 = Kolonna ar priekškolonnu
4 = Reaģenta sūknis
5 = T-veida daļa bez mirušā tilpuma
5' = T-veida daļa (virpuļmaisītājs)
6-6' = Savienojums bez mirušā tilpuma
7 = "Reakcijas cilpa"
7' = Reaktors
8 = Trīskaklu kolba ar vārošu ūdeni
9 = Kolbas sildītājs
10 = Dzesētājs
11 = Nerūsējošā tērauda siltummaiņa caurule
11' = Siltummainis
12 = Redzams UV detektors
13 = PCRS 520 pēckolonnas uzmava

5.3.5



5.3.6

