31990L0207

L 108/92 ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV 28.4.1990

SMERNICA KOMISIE

zo 4. apríla 1990,

ktorou sa mení a dopĺňa druhá smernica 82/434/EHS o aproximácii právnych predpisov členských štátov, ktorá sa týka metód analýzy, ktoré sú potrebné na kontrolu zloženia kozmetických výrobkov

(90/207/EHS)

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

keďže druhá smernica Komisie 82/434/EHS zo 14. mája 1982 o aproximácii právnych predpisov členských štátov, ktorá sa týka metód analýzy, ktoré sú potrebné na kontrolu zloženia kozmetických výrobkov ([1]), ustanovuje spoločnú metódu analýzy pre dôkaz a stanovenie voľného formaldehydu;

keďže vo svetle nových vedeckých a technických údajov sa preukázalo, že je potrebné zmeniť a doplniť túto metódu analýzy;

keďže opatrenia ustanovené touto smernicou sú v súlade so stanoviskom Výboru pre prispôsobenie smerníc o odstránení prekážok pri obchodovaní v oblasti kozmetických výrobkov technickému pokroku,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Kapitola IV prílohy k smernici 82/434/EHS sa nahrádza textom uvedeným v prílohe k tejto smernici.

Článok 2

Členské štáty prijmú zákony, iné právne predpisy a správne opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s touto smernicou do 31. decembra 1990. Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

Prijaté opatrenia podľa prvého odseku budú odkazovať výhradne na túto smernicu.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 4. apríla 1990

Za Komisiu

Karel VAN MIERT

člen Komisie

([1]) Ú. v. ES L 185, 30.6.1982, s. 1.

PRÍLOHA

'IV. **DÔKAZ A STANOVENIE VOĽNÉHO FORMALDEHYDU**

1. ÚČEL A OBLASŤ POUŽITIA

Táto metóda opisuje dôkaz a dve stanovenia podľa toho, či sú prítomné donory formaldehydu (zlúčeniny uvoľňujúce formaldehyd). Je použiteľná na všetky kozmetické výrobky.

1.1. **Dôkaz**

1.2. **Všeobecné kolorimetrické stanovenie s pentán-2,4-diónom**

Táto metóda sa použije, ak sa formaldehyd používa samotný alebo spolu s inými konzervačnými látkami, ktoré nie sú donormi formaldehydu.

V ostatných prípadoch a keď výsledok prevyšuje najvyššiu prípustnú koncentráciu, musí sa použiť pre potvrdenie nasledujúca metóda.

1.3. **Stanovenie v prítomnosti donorov formaldehydu**

Pri vyššie opísanej metóde (1.2) sa počas derivatizácie štiepia donory formaldehydu, čo vedie k príliš vysokým výsledkom (polymerizovaný formaldehyd a formaldehyd viazaný v zlúčeninách).

Voľný formaldehyd je potrebné oddeliť kvapalinovou chromatografiou.

2. DEFINÍCIA

Obsah voľného formaldehydu vo vzorke, stanovený podľa tejto metódy, sa vyjadrí v hmotnostných percentách.

3. DÔKAZ

3.1. **Princíp**

Voľný alebo viazaný formaldehyd v prostredí kyseliny sírovej zmení farbu Schiffovho činidla na ružovú alebo svetlofialovú.

3.2. **Činidlá**

Všetky činidlá majú byť analyticky čisté a voda musí byť demineralizovaná.

3.2.1. Fuchsín.

3.2.2 Heptahydrát siričitanu sodného.

3.2.3. Koncentrovaná kyselina chlorovodíková (d = 1,19).

3.2.4. Kyselina sírová, približne 1 M.

3.2.5. *Schiffovo činidlo:*

Do kadičky sa naváži 100 mg fuchsínu (3.2.1) a rozpustí sa v 75 ml vody pri 80 °C. Po ochladení sa pridá 2,5 g siričitanu sodného (3.2.2). Doplní sa do 100 ml.

Používa sa do dvoch týždňov.

3.3. **Postup**

3.3.1. Do 10 ml kadičky sa navážia 2 g vzorky.

3.3.2. Pridajú sa dve kvapky kyseliny sírovej (3.2.4) a 2 ml Schiffovho činidla (3.2.5). Toto činidlo musí byť pred pridaním úplne bezfarebné.

Pretrepe sa a nechá stáť päť minút.

3.3.3. Ak sa do piatich minút pozoruje ružové alebo svetlofialové sfarbenie, obsah formaldehydu je vyšší ako 0,01 % a stanoví sa všeobecnou metódou (4), a ak je to potrebné, podľa postupu (5).

4. VŠEOBECNÉ KOLORIMETRICKÉ STANOVENIE S PENTÁN-2,4-DIÓNOM

4.1. **Princíp**

Formaldehyd reaguje s pentán-2,4-diónom v prítomnosti octanu amónneho za vzniku 3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutidínu. Tento sa extrahuje bután-1-olom a meria sa absorbancia extraktu pri 410 nm.

4.2. **Činidlá**

Všetky činidlá majú byť analyticky čisté a voda musí byť demineralizovaná.

4.2.1. Bezvodý octan amónny.

4.2.2. Koncentrovaná kyselina octová, ρ_{20} = 1,05 g/ml.

4.2.3. Pentán-2,4-dión, čerstvo predestilovaný za zníženého tlaku 25 mm Hg 25° – nemá vykazovať akúkoľvek absorbanciu pri 410 nm.

4.2.4. Bután-1-ol.

4.2.5. Kyselina chlorovodíková, 1 M.

4.2.6. Kyselina chlorovodíková, približne 0,1 M.

4.2.7. Hydroxid sodný, 1 M.

4.2.8. Roztok škrobu, čerstvo pripravený podľa *European Pharmacopoeia* (1 g/50 ml vody), 2. vydanie, časť I-VII-1-1.

4.2.9. 37 až 40 % (m/V) formaldehyd.

4.2.10. Štandardný roztok jódu, 0,05 M.

4.2.11. Štandardný roztok tiosíranu sodného, 0,1 M.

4.2.12. *Pentán-2,4-diónové činidlo:*

V 1 000 ml odmernej banke sa rozpustí:

— 150 g octanu amónneho (4.2.1),

— 2 ml pentán-2,4-diónu (4.2.3),

— 3 ml kyseliny octovej (4.2.2).

Doplní sa vodou do 1 000 ml (pH roztoku okolo 6,4).

Toto činidlo sa musí pripravovať čerstvé.

4.2.13. Činidlo (4.2.12) bez pentán-2,4-diónu.

4.2.14. *Štandard formaldehydu: zásobný roztok*

5 g formaldehydu (4.2.9) sa vleje do 1 000 ml odmernej banky a doplní sa vodou do 1 000 ml.

Obsah formaldehydu v tomto roztoku sa stanoví takto:

Odoberie sa 10,00 ml; pridá sa 25,00 ml štandardného roztoku jódu (4.2.10) a 10,00 ml roztoku hydroxidu sodného (4.2.7).

Nechá sa stáť päť minút.

Okyslí sa 11,00 ml HCl (4.2.5) a nadbytok jódu sa stanoví štandardným roztokom tiosíranu sodného (4.2.11) s použitím roztoku škrobu (4.2.8) ako indikátora.

1 ml spotrebovaného 0,05 M roztoku jódu (4.2.10) zodpovedá 1,5 mg formaldehydu.

4.2.15. *Štandard formaldehydu: zriedený roztok*

Zásobný roztok formaldehydu sa postupne zriedi vodou najprv v pomere 1: 20 a potom 1: 100.

1 ml tohto roztoku obsahuje približne 1 µg formaldehydu.

Vypočíta sa presný obsah formaldehydu.

4.3. **Prístroje a pomôcky**

4.3.1. Bežné laboratórne vybavenie.

4.3.2. Filtračný papier na oddelenie fáz, Whatman 1 PS (alebo jeho ekvivalent).

4.3.3. Centrifúga.

4.3.4. Vodný kúpeľ nastavený na 60 °C.

4.3.5. Spektrofotometer.

4.3.6. Sklené kyvety s optickou dráhou dlhou 1 cm.

4.4. **Postup**

4.4.1. *Roztok vzorky*

Do 100 ml odmernej banky sa s presnosťou na 0,001 g naváži také množstvo (v g) analyzovanej vzorky, aby odhadovaný obsah formaldehydu bol asi 150 µg.

Doplní sa vodou do 100 ml a premieša sa (roztok S).

[Overí sa, či pH je blízke 6; ak nie je, zriedi sa v roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.2.6).]

Do 50 ml Erlenmeyerovej banky sa pridá:

— 10,00 ml roztoku S,

— 5,00 ml pentán-2,4-diónového činidla (4.2.12),

— demineralizovaná voda do celkového objemu 30 ml.

4.4.2. *Referenčný roztok*

Možné rušivé vplyvy spôsobené sfarbením pozadia testovanej vzorky sa vylúčia použitím tohto referenčného roztoku.

Do 50 ml Erlenmeyerovej banky sa pridá:

— 10,00 ml roztoku S,

— 5,00 ml činidla (4.2.13),

— demineralizovaná voda do celkového objemu 30 ml.

4.4.3. *Roztok na slepý pokus*

Do 50 ml Erlenmeyerovej banky sa pridá:

— 5,00 ml pentán-2,4-diónového činidla (4.2.12),

— demineralizovaná voda do celkového objemu 30 ml.

4.4.4. *Stanovenie*

4.4.4.1. Zmesi zo 4.4.1, 4.4.2 a 4.4.3 sa pretrepú. Erlenmeyerove banky sa ponoria do vodného kúpeľa zahriateho na 60 °C presne na 10 minút. Počas dvoch minút sa nechajú ochladiť v kúpeli z ľadovej vody.

4.4.4.2. Ich obsah sa prenesie do 50 ml oddeľovacích lievikov obsahujúcich 10 ml bután-1-olu (4.2.4). Každá banka sa opláchne 3 až 5 ml vody. Zmesi sa intenzívne pretrepú presne 30 sekúnd. Nechajú sa oddeliť.

4.4.4.3. Cez filtračný papier na oddelenie fáz sa bután-1-olové fázy prefiltrujú do meracích kyviet (4.3.2). Tiež sa môže použiť odstreďovanie v centrifúge (3 000 g_n na päť minút).

4.4.4.4. Pri 410 nm sa zmeria absorbancia A_1 extraktu roztoku vzorky zo 4.4.1 oproti extraktu referenčného roztoku 4.4.2.

4.4.4.5. Podobne sa zmeria absorbancia A_2 extraktu slepého pokusu z 4.4.3 oproti bután-1-olu.

Poznámka: Všetky tieto operácie sa musia uskutočniť do 25 minút od momentu umiestnenia Erlenmeyerových baniek do vodného kúpeľa pri 60 °C.

4.4.5. *Kalibračná krivka*

4.4.5.1. Do 50 ml Erlenmeyerovej banky sa umiestni:

— 5,00 ml zriedeného štandardného roztoku z 4.2.15,

— 5,00 ml pentán-2,4-diónového činidla (4.2.12),

— demineralizovaná voda do celkového objemu 30 ml.

4.4.5.2. Pokračuje sa, ako je opísané v 4.4.4 a zmeria sa absorbancia oproti bután-1-olu (4.2.4).

4.4.5.3. Postup sa zopakuje s 10, 15, 20 a 25 ml zriedeného štandardného roztoku (4.2.15).

4.4.5.4. Na získanie nulovej hodnoty (zodpovedajúcej sfarbeniu činidiel) sa postupuje ako v 4.4.4.5.

4.4.5.5. Po odčítaní nulovej hodnoty od každej z absorbancií získaných v 4.4.5.1 a 4.4.5.3 sa zostrojí kalibračná krivka. Beerov zákon platí do 30 µg formaldehydu.

4.5. **Výpočty**

4.5.1. Od A_1 sa odpočíta A_2 a z kalibračnej krivky (4.4.5.5) sa odčíta množstvo C formaldehydu v roztoku vzorky (4.4.1), v µg.

4.5.2. Obsah formaldehydu vo vzorke (% hmotn.) sa vypočíta pomocou nasledujúceho vzorca:

$$\text{obsah formaldehydu v \%} = \frac{C}{10^3 \cdot m}$$

kde:

m = hmotnosť skúšobnej vzorky (4.4.1) v g.

4.6. **Opakovateľnosť** [1]

Pri obsahu formaldehydu 0,2 % by pre kolorimetrické stanovenie s pentán-2,4-diónom rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť 0,005 %.

Ak stanovenie voľného formaldehydu poskytne výsledky väčšie, ako je maximálny obsah ustanovený smernicou 76/768/EHS, t. j.:

a) medzi 0,05 % a 0,2 % v neoznačených výrobkoch;

b) väčšie ako 0,2 % vo výrobkoch, označených aj neoznačených;

musí sa použiť nižšie opísaný postup v 5.

5. STANOVENIE V PRÍTOMNOSTI DONOROV FORMALDEHYDU

5.1. **Princíp**

Oddelený formaldehyd sa reakciou s pentán-2,4-diónom v reaktore zaradenom za kolónou prevedie na žltý lutidínový derivát a získaný derivát sa detekuje absorbanciou pri 420 nm.

5.2. **Činidlá**

Všetky činidlá majú byť analyticky čisté a voda musí byť demineralizovaná.

5.2.1. Voda čistoty pre HPLC alebo rovnocennej kvality.

5.2.2. Bezvodý octan amónny.

5.2.3. Koncentrovaná kyselina octová.

5.2.4. Pentán-2,4-dión (uskladnený pri 4 °C).

5.2.5. Bezvodý hydrogenfosforečnan sodný.

5.2.6. 85 % kyselina trihydrogenfosforečná (ρ_{20} = 1,7 g/ml).

5.2.7. Metanol čistoty pre HPLC.

5.2.8. Dichlórmetán.

5.2.9. 37 až 40 % (m/V) formaldehyd.

5.2.10. Hydroxid sodný, 1 M.

5.2.11. Kyselina chlorovodíková, 1 M.

5.2.12. Kyselina chlorovodíková, 0,002 M.

5.2.13. Roztok škrobu, čerstvo pripravený podľa *European Pharmacopoeia* (pozri 4.2.8).

5.2.14. Štandardný roztok jódu, 0,05 M.

5.2.15. Štandardný roztok tiosíranu sodného, 0,1 M.

5.2.16. *Mobilná fáza:*

0,006 M vodný roztok hydrogenfosforečnanu sodného (5.2.5), upravený na pH 2,1 kyselinou trihydrogenfosforečnou (5.2.6).

5.2.17. *Činidlo na reakciu po chromatografii:*

V 1 000 ml odmernej banke sa rozpustí:

— 62,5 g octanu amónneho (5.2.2),

— 7,5 ml kyseliny octovej (5.2.3),

— 5 ml pentán-2,4-diónu (5.2.4).

Doplní sa vodou (5.2.1) do 1 000 ml.

Toto činidlo sa uschová v tme.

Doba skladovania: maximálne tri dni pri 25 °C.

Nemá byť pozorovaná zmena sfarbenia.

5.2.18. *Štandard formaldehydu: zásobný roztok*

10 g formaldehydu (5.2.9) sa vleje do 1 000 ml odmernej banky a doplní sa vodou do 1 000 ml.

Obsah formaldehydu v tomto roztoku sa stanoví takto:

Odoberie sa 5,00 ml; pridá sa 25,00 ml štandardného roztoku jódu (5.2.14) a 10,00 ml roztoku hydroxidu sodného (5.2.10).

Nechá sa stáť päť minút.

Okyslí sa 11,00 ml HCl (5.2.11) a nadbytok štandardného roztoku jódu (5.2.14) sa titruje štandardným roztokom tiosíranu sodného (5.2.15) s použitím roztoku škrobu (5.2.13) ako indikátora.

1 ml roztoku jódu (5.2.14) zodpovedá 1,5 mg formaldehydu.

[1] ISO 5725.

5.2.19. *Štandard formaldehydu: zriedený roztok*

Zásobný roztok sa zriedi mobilnou fázou (5.2.16) na 1/100 jeho pôvodnej koncentrácie.

1 ml tohto roztoku obsahuje približne 37 mg formaldehydu.

Vypočíta sa jeho presný obsah.

5.3. **Prístroje a pomôcky**

5.3.1. Bežné laboratórne vybavenie.

5.3.2. HPLC pumpa, bezpulzná.

5.3.3. Nízkotlaková bezpulzná pumpa pre činidlo (alebo druhá HPLC pumpa).

5.3.4. Dávkovací ventil s 10 µl slučkou.

5.3.5. Reaktor na zaradenie za kolónu z nasledujúcich súčastí:

+ jedna 1-litrová trojhrdlová banka,
+ vyhrievacie hniezdo pre 1-litrovú banku,
+ dve Vigreuxove kolóny minimálne s 10 etážami, dve vzduchom chladené,
+ rúrka z nehrdzavejúcej ocele (na výmenu tepla), 1,6 mm – vnútorný priemer 0,23 mm, dĺžka = 400 mm,
+ teflónová hadica, 1,6 mm – vnútorný priemer 0,30 mm, dĺžka 5 m (francúzske háčkovanie, pozri dodatok 1),
+ jedna spojka T bez akéhokoľvek mŕtveho objemu (Valco alebo ekvivalent),
+ tri spojky bez akéhokoľvek mŕtveho objemu.

Alebo: jedna súprava Applied Biosystems PCRS 520 na zaradenie za kolónu alebo ekvivalent, vybavená 1-ml reaktorom.

5.3.6. Membránový filter, veľkosť pórov 0,45 µm.

5.3.7. Náplň SEP-PAK® C_{18} alebo ekvivalent.

5.3.8. *Hotové komerčné kolóny:*

— Bischoff hypersil RP 18 (typ NC, katalógové číslo C 25.46 1805)
(5 µm, dĺžka = 250 mm, vnútorný priemer = 4,6 mm),

— alebo Dupont, Zorbax ODS
(5 µm, dĺžka = 250 mm, vnútorný priemer = 4,6 mm),

— alebo Phase SEP, spherisorb ODS 2
(5 µm, dĺžka = 250 mm, vnútorný priemer = 4,6 mm).

5.3.9. *Predkolóna*

Bischoff K_1 hypersil RP 18 (katalógové číslo K1 G 6301 1805)

(5 µm, dĺžka = 10 mm alebo ekvivalent).

5.3.10. Kolóna a predkolóna sa spoja prostredníctvom systému Ecotube (katalógové číslo A 15020508 Bischoff) alebo ekvivalentu.

5.3.11. Aparatúra (5.3.5) sa zostaví podľa blokovej schémy v dodatku 2.

Prepojenia za dávkovacím ventilom musia byť čo najkratšie. V tomto prípade je rúrka z nehrdzavejúcej ocele medzi výstupom z reaktora a vstupom detektora určená na ochladenie zmesi pred detekciou a teplota detektora nie je známa, ale je konštantná.

5.3.12. UV-VIS detektor.

5.3.13. Zapisovač.

5.3.14. Centrifúga.

5.3.15. Ultrazvukový kúpeľ.

5.3.16. Vibračné miešadlo (vortex alebo ekvivalent).

5.4. **Postup**

5.4.1. *Kalibračná krivka*

Táto sa zostrojí nanesením plôch píkov ako funkcie koncentrácie roztokov zriedeného štandardu formaldehydu.

Zriedením referenčného roztoku formaldehydu (5.2.19) mobilnou fázou (5.2.16) sa pripravia štandardné roztoky:

— 1,00 ml roztoku (5.2.19) sa zriedi do 20,00 ml (približne 185 µg/100 ml),

— 2,00 ml roztoku (5.2.19) sa zriedi do 20,00 ml (približne 370 µg/100 ml),

— 5,00 ml roztoku (5.2.19) sa zriedi do 25,00 ml (približne 740 µg/100 ml),

— 5,00 ml roztoku (5.2.19) sa zriedi do 20,00 ml (približne 925 µg/100 ml).

Štandardné roztoky sa uchovávajú jednu hodinu pri laboratórnej teplote a musia byť čerstvo pripravené.

Linearita kalibračnej krivky je dobrá pre koncentrácie medzi 1,00 a 15,00 µg/ml.

5.4.2. *Príprava vzorky*

5.4.2.1. Emulzie (krémy, základy pre mejkap, očné linky)

Do zazátkovanej 100 ml banky sa s presnosťou na 0,001 g naváži množstvo skúšobnej vzorky (m g) zodpovedajúce odhadovanému obsahu 100 µg formaldehydu. Pridá sa presne odmeraných 20,00 ml dichlórmetánu (5.2.8) a 20,00 ml kyseliny chlorovodíkovej (5.2.12). Fázy sa oddelia odstredením v centrifúge (3 000 g^n na dve minúty). Zatiaľ sa kolóna (5.3.7) premyje 2 ml metanolu (5.2.7), potom sa upraví 5 ml vody (5.2.1).

Cez upravenú náplň sa nechajú pretiecť 4 ml vodnej fázy obsahujúcej extrakt, prvé 2 ml sa vylejú a zachytáva sa nasledujúca frakcia.

5.4.2.2. Lotiony, šampóny

Do zazátkovanej 100 ml banky sa s presnosťou na 0,001 g naváži množstvo skúšobnej vzorky (m g) zodpovedajúce odhadovanému obsahu okolo 500 µg formaldehydu.

Doplní sa mobilnou fázou (5.2.16) do 100 ml.

Prefiltruje sa cez filter (5.3.6) a nadávkuje sa alebo sa nechá pretiecť náplňou (5.3.7) upravenou ako v predchádzajúcom prípade (5.4.2.1). Všetky roztoky sa musia nadávkovať hneď po príprave.

5.4.3. *Podmienky pre chromatografiu:*

— prietoková rýchlosť mobilnej fázy: 1 ml/min,

— prietoková rýchlosť činidla: 0,5 ml/min,

— celková prietoková rýchlosť cez výstup detektora: 1,5 ml/min,

— dávkovaný objem: 10 µl,

— elučná teplota: v prípade komplikácie pri separácii sa kolóna ponorí do kúpeľa z topiaceho sa ľadu: počká sa, kým sa teplota ustáli (15 – 20 min.),

— teplota reaktora zaradeného za kolónu: 100 °C,

— detekcia: 420 nm.

Poznámka: Celá sústava na chromatografiu a následnú reakciu sa po použití musí prepláchnuť vodou (5.2.1). Ak sa sústava nepoužije dlhšie ako dva dni, premytie musí byť nasledované premytím metanolom (5.2.7). Pred opätovným pripravením na použitie sa cez sústavu nechá pretiecť voda, aby sa zabránilo kryštalizácii.

5.5. **Výpočet**

Emulzie (5.4.2.1):

Obsah formaldehydu v % (hmotn.):

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

Lotiony, šampóny:

Podľa vzorca:

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

kde:

m = hmotnosť analyzovanej vzorky v g (5.4.2.1),

C = koncentrácia formaldehydu odčítaná z kalibračnej krivky (5.4.1) v µg/100 ml.

5.6. **Opakovateľnosť** ([1])

Pri obsahu formaldehydu 0,05 % by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť 0,001 %.

Pri obsahu formaldehydu 0,2 % by rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelne uskutočnených stanovení na tej istej vzorke nemal presiahnuť 0,005 %.

([1]) ISO 5725.

Dodatok 1

NÁVOD NA „FRANCÚZSKE HÁČKOVANIE“

POTREBNÉ POMÔCKY

— Jedna drevená cievka:

vonkajší priemer 5 cm s kruhovým otvorom s priemerom 1,5 cm v strede cievky. Vsunú sa štyri oceľové klince (podľa zobrazenia na obrázkoch 1 a 2). Vzdialenosť medzi dvoma klincami musí byť 1,8 cm a musia byť vzdialené 0,5 cm od kruhového otvoru,

— jedna neohybná ihla (háčkovacieho typu) do slučky teflónovej hadice,

— 5 m teflónovej hadice s vonkajším priemerom 1,6 mm, vnútorným 0,3 mm.

POSTUP

Pri „francúzskom háčkovaní“ sa teflónová hadica najprv prevlečie cez kruhový otvor v strede cievky zvrchu nadol (asi 10 cm hadice sa nechá vyčnievať z dolného otvoru cievky, aby bolo možné naň prichytiť reťaz počas procesu háčkovania); potom sa hadica striedavo ovinie okolo štyroch klincov podľa zobrazenia na obrázku 3.

Vrch a spodok francúzskeho háčkovania sa ochráni kovovými krúžkami a prítlačnými skrutkami; treba dať pozor, aby sa neprerazil teflón pri uťahovaní. Hadica sa ovinie okolo každého klinca po druhý raz a podľa nasledujúceho postupu sa spravia „očká“:

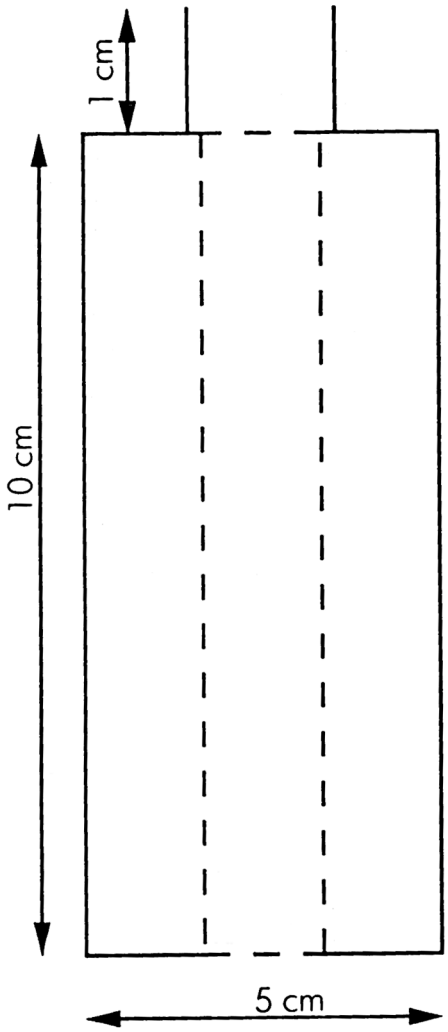
— dolná hadica sa háčikom preloží ponad hornú hadicu (pozri obrázok 4). Tento proces sa zopakuje postupne na každom klinci (1, 2, 3, 4 proti smeru hodinových ručičiek), kým sa nevytvorí 5 m alebo iná požadovaná dĺžka háčkovania.

Okolo 10 cm hadice sa nechá na ukončenie háčkovania. Na ukončenie reťaze sa hadica prevlečie cez každú zo štyroch slučiek a jemne sa pritiahne.

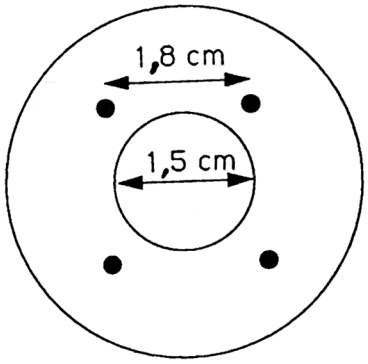
Poznámka: Vyrábané francúzske háčkovanie pre reaktory na zaradenie za kolónu je dostupné na trhu (Supelco).

Schematický nákres cievky

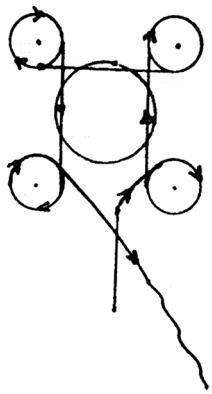
Obrázok 1



Obrázok 2

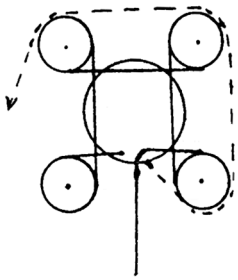


Obrázok 3



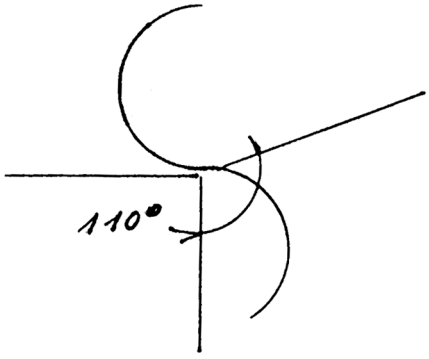
Prvá hadika

Obrázok 4



Druhá hadica
a vytvorenie "očka" sa dolná hadica (plná čiara) preloží ponad hornú hadicu (prerušovaná čiara)

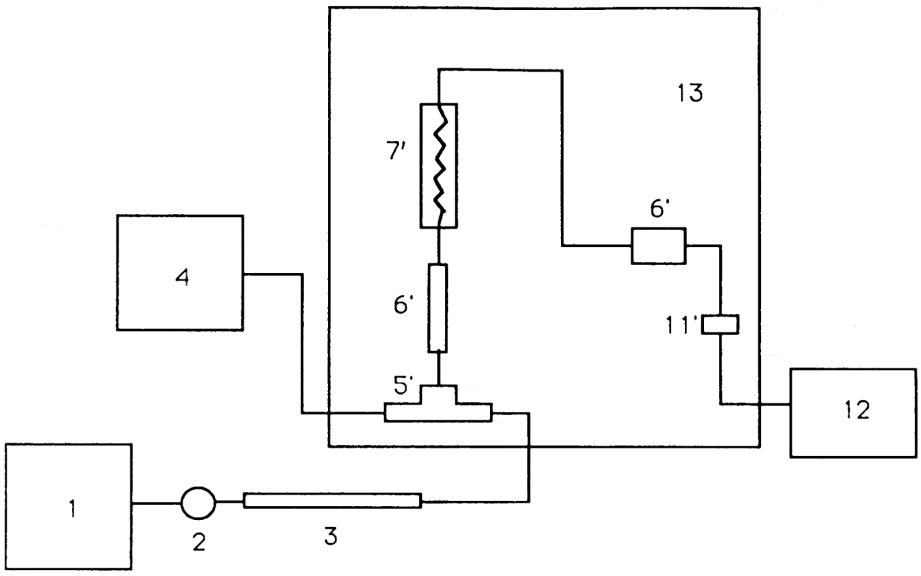
Obrázok 5



Dodatok 2

1 = HPLC pumpa
2 = dávkovací ventil
3 = kolóna s predkolónou
4 = pumpa na činidlo
5 = T-spojka bez mŕtveho objemu
5′ = T-spojka (Vortex)
6-6′ = spojka bez mŕtveho objemu
7 = „francúzske háčkovanie“
7′ = reaktor
8 = trojhrdlová banka s vriacou vodou
9 = vyhrievacie hniezdo
10 = chladivo
11 = rúrka z nehrdzavejúcej ocele na výmenu tepla
11′ = výmenník tepla
12 = UV-VIS detektor
13 = jedna súprava PCRS 520 na zaradenie za kolónu

5.3.5



5.3.6

