

ÖNNUR TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR**frá 14. maí 1982****um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi nauðsynlegar greiningaraðferðir til eftirlits með samsetningu snyrtivara****(82/434/EBE)**FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 76/768/EBE frá 27. júlí 1976 um samræmingu laga aðildarríkjanna um snyrtivörur ⁽¹⁾, eins og henni var breytt með tilskipun 79/661/EBE ⁽²⁾, einkum l. mgr. 8. gr.,*og að teknu tilliti til eftirfarandi:*

Í tilskipun 76/768/EBE er kveðið á um opinbert eftirlit með snyrtivörum til að tryggja að fullnægt sé skilyrðum sem mælt er fyrir um í ákvæðum bandalagsins um samsetningu snyrtivara.

Ákveða ber, eins fljótt og kostur er, allar nauðsynlegar greiningaraðferðir. Þar sem fyrsta skrefið hefur þegar verið stigið með skilgreiningu tiltekinna aðferða í tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 80/1335/EBE ⁽³⁾ er næsta skref fólgið í að skilgreina aðferðir til að aðgreina nokkur oxunarefni og ákvarða vetnisperoxíð í hársnyrtivörum, aðgreina

og ákvarða gróflega tiltekin oxunarlitarefni í hárlitum, aðgreina og ákvarða nítrít, aðgreina og ákvarða óbundið formaldehýð, ákvarða resorsínól í hárvottalögum og hársnyrtivökvum og ákvarða metanól miðað við etanól eða própan-2-ól.

Ráðstafanir í þessari tilskipun eru í samræmi við álit nefndarinnar sem sér um að laga tilskipun 76/768/EBE að tækni-framförum.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

I. gr.

Aðildarríkin skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til að tryggja að opinbert eftirlit með snyrtivörum:

- aðgreining oxunarefna og ákvörðun vetnisperoxíðs í hársnyrtivörum
- aðgreining og grófleg ákvörðun tiltekinna oxunarlitarefna í hárlitum,
- aðgreining og ákvörðun nítríts,
- aðgreining og ákvörðun óbundins formaldehýðs,

⁽¹⁾ Stjtið. EB nr. L 262, 27. 9. 1976, bls. 169.⁽²⁾ Stjtið. EB nr. L 192, 31. 7. 1979, bls. 35.⁽³⁾ Stjtið. EB nr. L 383, 31. 12. 1980, bls. 27.

- ákvörðun resorsínóls í hárfvottalögum og hársnyrtivökvum,
- ákvörðun metanóls miðað við etanól eða própán-2-ól

sé framkvæmt í samræmi við aðferðirnar sem lýst er í viðaukanum.

2. gr.

Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórnsýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 31. desember 1983.

Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

3. gr.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 14. maí 1982.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Karl-Heinz NARJES

framkvæmdastjóri.

VIÐAUKI

I. AÐGREINING OXUNAREFNA OG ÁKVÖRÐUN VETNISPEROXÍÐS Í HÁRSNYRTIVÖRUM

MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ

Einungis er mögulegt að ákvarða vetnisperoxíð í snyrtivörum með joðtítrun að því tilskildu að þær innihaldi ekki önnur oxunarefni sem mynda joð úr joði. Því er nauðsynlegt, áður en vetnisperoxíð er ákvarðað með joðtítrun, að finna og aðgreina önnur oxunarefni sem mögulega gætu verið til staðar. Þessi aðgreining er framkvæmd í tveimur þrepum; hið fyrra tekur til persúlfata, brómata og vetnisperoxíðs en hið síðara tekur til baríumperoxíðs.

A. AÐGREINING PERSÚLFATA, BRÓMATA OG VETNISPEROXÍÐS

1. MEGINREGLA
Natríumpersúlfat, kalíumpersúlfat og ammóníumpersúlfat; kalíumbrómat, natríumbrómat og vetnisperoxíð — hvort sem þau eru upprunnin úr baríumperoxíði eða ekki — eru aðgreind með hnígandi pappírsskiljun þar sem notaðir eru tveir mismunandi ferðafasar.
2. HVARFEFNI
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
 - 2.1. Tilvísunarvatnslausnir, 0,5% (m/v), eftirfarandi efnasambanda:
 - 2.1.1. Natríumpersúlfat
 - 2.1.2. Kalíumpersúlfat
 - 2.1.3. Ammóníumpersúlfat
 - 2.1.4. Kalíumbrómat
 - 2.1.5. Natríumbrómat
 - 2.1.6. Vetnisperoxíð
 - 2.2. Ferðafasi A, etanól, 80% (v/v)
 - 2.3. Ferðafasi B, bensen — metanól — 3-metýlbútan-1-ól — vatn (34:38:18:10 miðað við rúmmál)
 - 2.4. Greiningarefni A, vatnslausn kalíumjoðiðs, 10% (m/v)
 - 2.5. Greiningarefni B, sterkjuvatnslausn, 1% (m/v)
 - 2.6. Greiningarefni C, saltsýra, 10% (m/m)
 - 2.7. Saltsýra, 4 N
3. BÚNAÐUR OG TÆKI
 - 3.1. Pappír fyrir pappírsskiljun (Whatman-pappír nr. 3 og 4 eða sambærilegur pappír)
 - 3.2. Smárennipípa, 1 μ l
 - 3.3. Mælikolbur, 100 ml
 - 3.4. Fellingarsíur
 - 3.5. Búnaður fyrir hnígandi pappírsskiljun

4. UNDIRBÚNINGUR SÝNIS
- 4.1. **Vörur leysanlegar í vatni**
Tvær lausnir af hvoru sýni eru lagaðar með því að leysa annars vegar 1 g og hins 5 g af vörunni upp í 100 ml af vatni. Notaður er 1 μ l af hvorri lausn til að framkvæma pappírsskiljunina sem lýst er í 5. lið.
- 4.2. **Vörur torleystar í vatni**
- 4.2.1. Vegin eru 1 og 5 g af sýninu og dreift í 50 ml af vatni, fyllt er að 100 ml markinu með vatni í hvoru tilviki fyrir sig og blandað saman. Dreifulausnir tvær eru síðar með fellingarsíu (3.4) og 1 μ l af hvorum síuvökva notaður til að framkvæma pappírsskiljunina sem lýst er í 5. lið.
- 4.2.2. Enn eru tilreiddar tvær dreifulausnir með því að blanda 1 og 5 g af sýninu í 50 ml af vatni, lausnirnar eru sýrðar með þynntri saltsýru (2.7), fyllt upp að 100 ml markinu með vatni og blandað saman. Dreifulausnirnar eru síðar með fellingarsíu (3.4) og 1 μ l af hvorum síuvökva notaður til að framkvæma pappírsskiljunina sem lýst er í 5. lið.
- 4.3. **Krem**
5 g og 20 g af hvoru efni um sig er dreift í 100 ml af vatni og dreifulausnirnar notaðar til að framkvæma pappírsskiljunina sem lýst er í 5. lið.
5. AÐFERÐ
- 5.1. Hæfilegt magn af ferðafasa A (2.2) og B (2.3) er sett í tvö aðskilin flát fyrir hnígandi pappírsskiljun. Ílátid er mettað af gufu leysiefnisins í að minnsta kosti 24 tíma.
- 5.2. 1 μ l af sýnislusninni og tilvísunarlausninni sem tilreiddar eru í samræmi við 4. lið og 2.1 er settur hvor á sinn upphafspunkt á 40 cm langa og 20 cm breiða ræmu (3.1) eða aðra heppilega stærð af skiljunarpappír (Whatman nr. 3 eða sambærilegan pappír). Leysiefnið er síðan látið gufa upp.
- 5.3. Skiljunarræman (5.2) er sett í flát með ferðafasa A (5.1) og höfð þar þangað til leysiefnið hefur færst fram um 35 cm (um 15 klukkustundir).
- 5.4. Aðferðin sem lýst er í 5.2 og 5.3 er endurtekin með því að nota skiljunarpappír (Whatman nr. 4 eða sambærilegan pappír) (3.1) og ferðafasa B. Skiljunarræman er höfð í flátinu þangað til leysiefnið hefur færst fram um 35 cm (um 5 klukkustundir).
- 5.5. Þegar skiljuninni er lokið eru skiljunarræmurnar teknar úr flátinu og látnar þorna.
- 5.6. Blettirnir á grafínu eru framkallaðir með því að úða það með:
- 5.6.1. greiningarefni A (2.4) og stuttu seinna með greiningarefni B (2.5). Persúlfatblettirnir koma fyrst í ljós á grafínu og síðan vetnisperoxíðblettirnir. Merkt er við blettina með blýanti;
- 5.6.2. greiningarefni C (2.6) sem fengið var samkvæmt 5.6.1. Ef brómat er til staðar birtast grábláir blettir á grafínu.
- 5.7. Við ofangreindar aðstæður og notkun ferðafasa A (2.2) og B (2.3) eru Rf-gildi tilvísunarefnanna (2.1) því sem næst eftirfarandi:

	<i>Ferðafasi A (2.2)</i>	<i>Ferðafasi B (2.3)</i>
Natriumpersúlfat	0,40	0,10
Kalíumpersúlfat	0,40	0,02 + 0,05
Ammóníumpersúlfat	0,50	0,10 + 0,20
Natriumbrómat	0,40	0,20
Kalíumbrómat	0,40	0,10 + 0,20
Vetnisperoxíð	0,80	0,80

B. AÐGREINING BARÍUMPEROXÍDS

1. MEGINREGLA

Baríumperoxíð er aðgreint með því að athuga hvort vetnisperoxíð myndast eftir að sýnið (A 4.2) hefur verið sýrt og hvort baríumjónir eru til staðar:

- án persúlfata (A), með því að bæta þynntri brennisteinssýru út í hluta af súru sýnisláusninni (B.4.1) sem leiðir til þess að hvítt botnfall baríumsúlfats myndast. Unnt er að sannprófa á ný hvort baríumjónir eru til staðar í sýninu með pappírsskiljun samkvæmt aðferðinni sem lýst er hér að aftan (B.5),
- þar sem baríumperoxíð og persúlföt eru til staðar samtímis (B.4.2), með því að brjóta niður leifar lausnarinnar (B.4.1.) í basa; eftir að leifarnar hafa verið leystar upp í saltsýru er hægt að sannprófa innihald baríumjóna í lausninni (B.4.2.3.) með pappírsskiljun og/eða botnfellingu baríumsúlfats.

2. HVARFEFNI

- 2.1. Metanól
- 2.2. Óblönduð saltsýra, 36% (m/m)
- 2.3. Saltsýra, 6 N
- 2.4. Brennisteinssýra, 4 N
- 2.5. Dínatríumródisónat
- 2.6. Baríumklóríð ($\text{BaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$)
- 2.7. Vatnsfrítt natríumkarbónat
- 2.8. Vatnslausn baríumklóríðs, 1% (m/v)
- 2.9. Ferðafasi úr metanóli, óblandaðri saltsýru (styrkleiki 36%) og vatni (80 : 10 : 10 miðað við rúmmál)
- 2.10. Greiningarefni, dínatríumródisónatvatnslausn 0,1% (m/v) er tilreidd rétt fyrir notkun.

3. BÚNAÐUR OG TÆKI

- 3.1. Smárennipípa, 5 μl
- 3.2. Platínudeigljur
- 3.3. Mælikolbur, 100 ml
- 3.4. Skiljunarpappír, Schleicher og Schull, 2043 B eða sambærilegur pappír. Pappírinn er hreinsaður yfir nótt með því að láta hann liggja í fláti fyrir hnígandi pappírsskiljun (A.3.5) sem í er ferðafasi (B.2.9) og síðan er hann þurrkaður.
- 3.5. Fellingarsíupappír
- 3.6. Venjulegur búnaður fyrir rísandi pappírsskiljun

4. UNDIRBÚNINGUR SÝNIS

4.1. **Vörur sem innihalda ekki persúlföt**

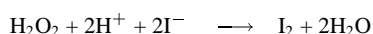
- 4.1.1. 2 g af vörinni er dreift í 50 ml af vatni og sýrustig dreifulausnarinnar fært að um það bil 1 með saltsýru (B.2.3).

- 4.1.2. Dreifulausnin er færð yfir í 100 ml mælikolbu, fyllt að markinu með vatni og blandað saman. Dreifulausnin er notuð til að framkvæma pappírsskiljunina sem lýst er í 5. lið og til að aðgreina baríum með botnfellingu baríumsúlfats.
- 4.2. **Vörur sem innihalda persúlfat**
- 4.2.1. 2 g af vörunni er dreift í 100 ml af vatni og lausnin síðan síuð.
- 4.2.2. Út í þurrkuðu leifarnar er bætt natríumkarbónati (B.2.7) sem samsvarar sjö til tífaldrri þyngd þeirra, innihaldinu er blandað saman og blandan brædd í platínudeiglu (B.3.2) í hálf klukkustund.
- 4.2.3. Bræðingurinn er kældur niður í stofuhita, síðan leystur upp í 50 ml af vatni og síaður (B.3.5).
- 4.2.4. Leifar bræðingsins eru leystar upp í saltsýru (B.2.3) og fyllt að 100 ml markinu með vatni. Lausnin er notuð til að framkvæma pappírsskiljunina sem lýst er í 5. lið og til að aðgreina baríum með botnfellingu baríumsúlfats.
5. **ADFERÐ**
- 5.1. Viðeigandi magn af ferðafasa (B.2.9) er sett í flát fyrir rísandi pappírsskiljun og það mettað í að minnsta kosti 15 klukkustundir.
- 5.2. Settir eru 5 μ l af hvorri lausn sem tilreiddar eru samkvæmt 4.1.2 og 4.2.4, og tilvísunarlausn B.2.8. á þrjá upphafspunkta á ræmu af skiljunarpappír sem meðhöndlaður hefur verið samkvæmt 3.4.
- 5.3. Sýnis- og tilvísunarpunktarnir eru látnir þorna. Skiljunarpappírinn er hafður í flátinu þangað til leysiefnið hefur færst fram um 30 cm.
- 5.4. Grafið er tekið úr flátinu og látið þorna.
- 5.5. Blettirnir koma í ljós á grafinu þegar pappírinn er úðaður með greiningarefni í B.2.10. Ef baríum er til staðar birtast rauðir blettir á grafinu með Rf-gildi um 0,10.

C. ÁKVÖRÐUN VETNISPEROXÍÐS

1. **MEGINREGLA**

Ákvörðun vetnisperoxíðs með jodtitrun grundvallast á eftirfarandi efnahvarfi:



Hvarf þetta gengur hægt fyrir sig en unnt er að auka hraðann með því að bæta við ammóníummólybdati. Jodíð sem myndast er ákvarðað við titrun með natríumþíósúlfati og er mælikvarði fyrir magn vetnisperoxíðs.

2. **SKILGREINING**

Vetnisperoxíðmagn sem mælt er á neðangreindan hátt er gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m) vörunnar.

3. **HVARFEFNI**

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

3.1. **Brennisteinssýra, 2 N**

3.2. **Kalíumjodíð**

3.3. **Ammóníummólybdat**

3.4. **Natríumþíósúlfat, 0,1 N**

- 3.5. Kalíumjodíðlausn, 10% (m/v), tilreidd rétt fyrir notkun
- 3.6. Ammóníummólýbdatlausn, 20% (m/v)
- 3.7. Sterkjulausn, 1% (m/v)
4. BÚNAÐUR OG TÆKI
- 4.1. Bikarglós, 100 ml
- 4.2. Rennipípa, 50 ml
- 4.3. Mælikolbur, 250 ml
- 4.4. Mæliglós, 25 og 100 ml
- 4.5. Rennipípur, 10 ml
- 4.6. Erlenmeyer-kolbur, 250 ml
5. AÐFERÐ
- 5.1. Vegin eru 10 g (m grömm) af vörinni, sem innihalda um 0,6 g af vetnisperoxíði, og sett í 100 ml bikarglas. Innihaldið er flutt í vatni yfir í 250 ml mælikolbu, fyllt er að markinu með vatni og blandað saman.
- 5.2. 10 ml af sýnisláusninni (5.1) eru fluttir með rennipípu yfir í 250 ml Erlenmeyer-kolbu (4.6) og 100 ml af 2 N brennisteinssýru (3.1), 20 ml af kalíumjodíðlausn (3.5) og þremur dropum af ammóníummólýbdatlausn (3.6) bætt út í.
- 5.3. Jodíð sem myndast er títrað þegar í stað með 0,1 N natríumþíósúlfatlausn (3.4) og rétt áður en endapunktur er náð er nokkrum ml af sterkjulausn bætt út í sem litvísi (3.7). Magn 0,1 N natríumþíósúlfats (3.4) sem er notað er skráð í millílítrum (V).
- 5.4. Gert er núllpróf, eins og lýst er í 5.2. og 5.3., með því að nota 10 ml af vatni í stað samsvarandi magns af sýnisláusninni. Magn 0,1 N natríumþíósúlfats sem notað er við núllprófið er skráð í millílítrum (V₀ ml).
6. ÚTREIKNINGAR
- Vetnisperoxíðmagn vörunnar er reiknað út sem hundradshluti miðað við massa (% m/m) með eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{ vetnisperoxíð} = \frac{(V - V_0) \times 1,7008 \times 250 \times 100}{m \times 10 \times 1000}$$

$$= \frac{(V - V_0) \times 4,252}{m}$$

þar sem:

m = magn vörunnar sem greind er í grömmum (5.1.),

V₀ = magn 0,1 N þíósúlfatlausnarinnar í millílítrum sem notuð er í núllprófinu (5.4.),

V = magn 0,1 N þíósúlfatlausnarinnar sem notuð er við títrun sýnisláusnarinnar (5.3.).

7. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef vetnisperoxíðmagn er um 6% m/m má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,2%.

⁽¹⁾ Sjá ISO-staðal 5725.

II. ADGREINING OG GRÓFLEG ÁKVÖRDUN TILTEKINNA OXUNARLITAREFNA Í HÁRLITUM

1. MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð má greina og ákvarða gróflega eftirtalin efni í hárlitum í krem- eða vökvaformi:

Efni	Tákn
<i>Fenýlendíamín</i>	
o-fenýlendíamín	(OPD)
m-fenýlendíamín	(MPD)
p-fenýlendíamín (V. viðauki)	(PPD)
<i>Metýlfenýlendíamín</i>	
4-metýl-1, 2-fenýlendíamín (tólúen-3, 4-díamín)	(OTD)
4-metýl-1, 3-fenýlendíamín (tólúen-2, 4-díamín)	(MTD)
2-metýl-1, 4-fenýlendíamín (tólúen-2, 5-díamín)	(PTD)
<i>Díamínófenól</i>	
2, 4-díamínófenól	(DAP)
<i>Hýdrókínón</i>	
1, 4 bensendíól	(H)
α -naftól	(α -N)
<i>Pýrógallól</i>	
1, 2, 3-tríhýdroxýbensen	(P)
<i>Resorsínól</i>	
1, 3-díhýdroxýbensen	(R)

2. MEGINREGLA

Oxunarlitarefni eru dregin út úr litum í krem- eða vökvaformi með 95% etanóli við pH 10 og síðan eru efnin aðgreind með þunnlagsskiljun, annaðhvort einnar eða tveggja vídda.

Við gróflega ákvörðun þessara efna er graf sýnanna sem fæst með því að nota fjóra mismunandi ferðafasa borið saman við gröf tilvísunarefnanna sem mynduð eru á sama tíma og við eins líkar aðstæður og mögulegt er.

3. HVARFEFNI

Öll hvarfefni skulu vera af greiningarhreinleika.

- 3.1. Vatnsfrítt etanól,
- 3.2. Aseton,
- 3.3. Etanól, 96% v/v,
- 3.4. Ammóníakslausn, 25% ($d_4^{20} = 0,91$)

- 3.5. L (+) -askorbínsýra
- 3.6. Klóróform
- 3.7. Sýklóhexan
- 3.8. Köfnunarefni, tæknilegur hreinleiki
- 3.9. Tólúen
- 3.10. Bensen
- 3.11. N-bútanól
- 3.12. Bútan-2-ól
- 3.13. Hýpófósforýra, 50% lausn v/v
- 3.14. Díasóhvarfefni. Hægt er að nota annaðhvort:
- 3-nítró-1-bensendíásóníumsalt, gert stöðug með t.d. klórbensensúlfónatjónum (Rauður 2 JN — *Francolor* eða sambærilegur litur),
 - eða 2-klór-4-nítró-1-bensendíásóníumsalt, gert stöðugt með naftalínbensóatjónum (NNCD Hvarfefni — tilvísunarnr. 74 150 FLUKA eða samsvörun þess)
- 3.15. Sifurnítrat
- 3.16. p-dímetýlamínóbensaldehýð
- 3.17. 2, 5-dímetýlfenól
- 3.18. Járnklóríðhexahýdrat
- 3.19. Saltsýra, 10% lausn m/v
- 3.20. **Tilvísunarefni**
Tilvísunarefni eru talin upp í fyrstu málsgrein „Markmið og gildissvið.“ Ef um er að ræða amínóefna-sambönd verður tilvísunarefnið annaðhvort að vera hýdróklóríð (mónó eða dí) eða óbundinn basi.
- 3.21. **Tilvísunarlausnir 0,5% (m/v)**
Tilreidd er 0,5% (m/v) lausn úr hverju tilvísunarefni í 3.20.
Vegin eru 50 mg, ± 1 mg af tilvísunarefninu og sett í 10 ml mælikolbu.
Bætt er við 5 ml af 96% etanóli (3.3) og 250 mg af askorbínsýru (3.5).
Lausnin er gerð basísk með því að bæta út í hana ammóníaklausn (3.4) þangað til pH verður 10 (athugað með litvísispappír).
Fyllt er upp að 10 ml marki með 96% etanóli (3.3) og blandað saman.
Hægt er að geyma lausnirnar í vikutíma á köldum, dimmum stað.
Í sérstökum tilvikum geta askorbínsýran og ammóníakið sem bætt er út í orsakað botnfellingu. Leyfa verður botnfallinu að setjast áður en haldið er áfram.
- 3.22. **Ferðafasar**
- 3.22.1. Aseton — klóróform — tólúen (35 : 25 : 40 miðað við rúmmáli)
- 3.22.2. Klóróform — sýklóhexan — óblandað etanól — 25% ammóníak (80 : 10 : 10 : 1 miðað við rúmmál)
- 3.22.3. Bensen — bútan-2-ól — vatn (50 : 25 : 25 miðað við rúmmál). Hrist er vandlega og þegar fasarnir hafa verið aðskildir við stofuhita (20 – 25°C) er sá efri notaður
- 3.22.4. n-bútanól — klóróform — hvarfefni M (7 : 70 : 23 hlutar í rúmmáli). Fasarnir eru aðskildir við stofuhita (20 – 25°C) og sá neðri notaður.

Tilreiðsla hvarfefnis M

Ammóníakslausn, 25% (v/v)	24 rúmmálshlutar
Hýpófósforísýra, 50% (3.13)	1 rúmmálshluti
Vatn	75 rúmmálshlutar

Athugasemd

Ferðafasinn, sem inniheldur ammóníak, verður að hrista vandlega rétt fyrir notkun.

3.23. Litvísisúðun

3.23.1. *Díasóhvarfefni*

Löguð er 5% (m/v) vatnslausn úr hvarfefninu sem valið er (3.14). Lausnina skal tilreiða rétt fyrir notkun.

3.23.2. *Ehrlich-hvarfefni*

2 g af p-dímetylaminóbensaldehýði (3.16) eru leyst upp í 100 ml af saltsýru (3.19).

3.23.3. *2, 5-dímetylfenól - járnklóríðhexahýdrat*

Lausn 1 : 1 g af dímetylfenóli (3.17) leyst upp í 100 ml af 96% etanóli (3.3).

Lausn 2 : 4 g af járnklóríðhexahýdrati (3.18) leyst upp í 100 ml af 96% etanóli (3.3).

Við framköllun er lausnunum úðað hvorri fyrir sig, fyrst lausn 1 og síðan lausn 2.

3.23.4. *Silfurnítrat í ammóníakslausn*

25% ammóníaki (3.4) er bætt út í 5% vatnslausn (m/v) af silfurnítrati (3.15) þangað til botnfallið er uppleyst. Hvarfefni þetta verður að tilreiða rétt fyrir notkun. Það má ekki geymast.

4. BÚNAÐUR

4.1. Venjulegur rannsóknarbúnaður fyrir þunnlagsskiljun.

4.1.1. Plast- eða glerlok er útbúið þannig að hægt er að umlykja plötuna köfnunarefni meðan á skiljun og þurrkun blettanna stendur. Þessi varúðarráðstöfun er nauðsynleg vegna tilhneigingar tiltekinnna litarefna til oxunar.

4.1.2. Smásprauta, 10 μ l, með 0,2 μ l kvarðaskiptingu og ferstrendri nál eða, öllu heldur, sprauta með 50 μ l endurskammtara er höfð á upphækkun þannig að köfnunarefni geti umlukið plötuna.

4.1.3. Tilbúnaður þunnlagsplötur úr kísilhlaupi, 0,25 mm að þykkt og 20 \times 20 cm að stærð (Macherey og Nagel Silica G-HR með plastundirlagi eða jafngildi þeirra).

4.2. Miðflótttaafllsskilja, 4 000 snún./mín.

4.3. Miðflótttaafllsskiljuglös, 10 ml með PTFE-fóðruðum skrúftöppum.

5. VINNUAÐFERÐ

5.1. **Meðferð rannsóknarsýna**

Fyrstu 2 eða 3 cm af kremi sem kreistir eru úr túpunni er fleygt.

Eftirfarandi er sett í miðflótttaafllsskiljuglas (4.3) sem blásið hefur verið með köfnunarefni: 300 mg af askorbínsýru ásamt 3 g af kremi eða 3 g af einsleitum vökva.

25% ammóníaki er bætt við í dropatali (3.4) þangað til pH verður 10. 96% etanóli (3.3) er bætt við upp að 10 ml markinu.

Sýnið er gert einsleitt undir köfnunarefni (3.8), glasinu lokað og sett í miðflótttaafllsskiljuna sem stillt er á 4 000 snún./mín í 10 mínútur.

Flotið er notað.

5.2. **Þunnlagsskiljun**5.2.1. *Röðun á plötunum*

1 μl af hverri tilvísunarlausn sem lýst er hér að framan er settur undir andrúmsloft köfnunarefnis (4.1.3) á níu punkta á þunnlagsplötunni (4.1.3), sem staðsettir eru með 1,5 cm millibili, um það bil 1,5 cm frá jaðri plötunnar.

Punktum tilvísunarlausnanna er raðað á eftirfarandi hátt:

1	2	3	4	5	6	7	8	9
R	P	H	PPD	DAP	PTD	OPD	OTD	MPD
MTD	α -N							

Til viðbótar er 2 μl af rannsóknarsýninu sem lagað var samkvæmt 5.1 bætt við á punkt 10 og 11, hvern á eftir öðrum.

Platan er höfð undir köfnunarefni (3.8) þar til skiljunin hefst.

5.2.2. *Frankvæmd skiljunar*

Platan er sett í ílátid, sem blásið hefur verið með köfnunarefni (3.8), mettuð með einum af fjórum ferðafösunum (3.22) og látin vera í ílátinu við stofuhita (20 – 25°C) í myrkri þangað til ferðafasinn hefur færst fram um 15 cm frá grunnlínunni.

Platan er tekin og þurrkuð undir köfnunarefni (3.8) við stofuhita.

5.2.3. *Úðun*

Platan er úðuð þegar í stað með einni af fjórum lausnunum sem tilgreindar eru í 3.23.

5.2.4. *Aðgreining*

Borin eru saman R_f -gildi og litir sem fást annars vegar úr sýninu og hins vegar úr tilvísunarefnunum.

Í töflu I eru gefin dæmi um R_f -gildi og liti einstakra efna eftir því hvaða ferðafasi eða litvísir er notaður.

Stundum er hægt að staðfesta aðgreiningu sem vafi leikur á um með því að bæta samsvarandi lausn tilvísunarefnis út í sýnisútdráttinn.

5.2.5. *Grófleg ákvörðun*

Styrkleiki bletta einstakra efna sem aðgreind eru í 5.2.4 er borinn saman við viðeigandi styrkleika bletta tilvísunarlausnanna.

Ef styrkur eins eða fleiri efna sem finnast í sýninu er of mikill er sýnisútdrátturinn þynntur og mælingin endurtekin.

TAFLA I
R_f-gildi og litir sem fengin eru strax eftir úðun

Tilvísunar- efni (3.20)	Ferðafasar				Litvísisúðar			
	R _f -gildi				Litir			
	(3.22.1)	(3.22.1)	(3.22.3)	(3.22.4)	Díasó (3,23,1)	Ehrlich (3,23,2)	Dímetylfenól (3,23,3)	AgNO (3,23,4)
OPD	0,62	0,60	0,30	0,57	ljósbrúnn	—	—	ljósbrúnn
MPD	0,40	0,60	0,47	0,48	fjólubrunn (*)	gulur	ljósbrúnn	ljósbrúnn
PPD	0,20	0,50	0,30	0,48	brúnn	skærrauður(*)	fjólublár	grár
OTD	0,60	0,60	0,53	0,60	brúnn (*)	ljósappelsínugulur	ljósbrúnn	grábrúnn
MTD	0,40	0,67	0,45	0,60	rauðbrúnn(*)	gulur	brúnn	svartur
PTD	0,33	0,65	0,37	0,70	brúnn	appelsínugulur	fjólublár(*)	grár
DAP	0,07	—	0	0,05	brúnn(*)	appelsínugulur	fjólublár	brúnn
H	0,50	0,35	0,80	0,20	—	appelsínugulur	fjólublár	svartur(*)
α -N	0,90	0,80	0,90	0,75	appelsínubrunn	—	fjólublár(*)	svartur
P	0,37	—	0,67	0,05	brúnn	mjög ljósfjólublár	mjög ljósbrúnn	brúnn(*)
R	0,50	0,37	0,80	0,17	appelsínugulur(*)	ljósfjólublár	mjög ljósbrúnn	ljósbrúnn

Athugasemd

- OPD liturinn kemur mjög dauft í ljós; nota skal ferðafasa (3.22.3) til að greina hann vel frá OTD litum.
- (*) Gefur til kynna bestu framköllun litar.

6. ATHUGUN MEÐ TVEGGJA VÍDDA ÞUNNLAGSSKILJUN

Þessi tveggja vídda þunntagsskiljunaraðferð krefst notkunar viðbótarstaðla og hvarfefna.

6.1. Viðbótarlitvísunarlausnir og efni

6.1.1. β-naftól (β-N)

6.1.2. 2-amínófenól (OAP)

6.1.3. 3-amínófenól (MAP)

6.1.4. 4-amínófenól (PAP)

6.1.5. 2-nítro-1, 4-fenýlendíamín (2-NPPD)

6.1.6. 4-nítro-1, 2-fenýlendíamín (4-NOPD)

Tilreidd er 0,5% m/v lausn úr hverri viðbótarlitvísunarlausn eins og lýst er í 3.21.

6.2. Viðbótarferðafasi

6.2.1. Etýlasetat — sýklóhexan — ammóníaklausn, 25% (65 : 30 : 0,5 miðað við rúmmál).

6.3. Viðbótarlitvísiskerfi

Í fláti fyrir þunntagsskiljun er komið fyrir glerskál með 2 g af kristölluðu jöði og flátinu síðan lokað með hentugu loki.

6.4. Þunnlagsskiljun

- 6.4.1. Dregnar eru tvær línur, eins og sýnt er á skýringarmynd 1, á virka lag þunnlagsplötunnar (4.1.3).
- 6.4.2. 1 – 4 μl af sýnisútdrættinum (5.1) eru settir, undir köfnunarefni (4.1.1), á grunnpunkt 1 (skýringarmynd 1) í vinstra horn plötunnar, 2 cm frá hvorri hlið. Magn sýnisútdráttisins sem notað er fer eftir styrkleika blettanna á grafinu (5.2).
- 6.4.3. Oxunarlitarefnunum sem voru aðgreind eða voru álitin aðgreind í 5.2 (fjarlægð milli punktanna er 1,5 cm) er skipt á milli punkta 2 og 3. Notuð eru 2 μl af hverri tilvísunarlausn — af DAP verður þó að nota 6 μl . Aðgerð þessi er framkvæmd undir köfnunarefni (6.4.2).
- 6.4.4. Aðgerðin í 6.4.3 er endurtekin fyrir grunnpunkta 4 og 5 og platan látin vera í köfnunarefni þangað til skiljun hefst (bilið á milli punktanna 1,5 cm).
- 6.4.5. Skiljunarlátíð er blásið með köfnunarefni (3.8) og hæfilegt magn af ferðafasa (3.22.2) sett í það. Platan (6.4.4) er sett í flátið og höfð þar í myrkri á meðan ferðafasinn færast fram í stefnu 1 (skýringarmynd 1). Platan er höfð í flátinu þangað til ferðafasinn hefur náð merktu línunni (um það bil 13 cm)
- 6.4.6. Platan er fjarlægð úr flátinu og sett í skiljunarlátíð sem blásið var með köfnunarefni í að minnsta kosti 60 mínútur til að losna við síðustu leifar ferðafasans.
- 6.4.7. Sett er hæfilegt magn af ferðafasa (6.2), og til þess notað kvarðað tilraunaglas, í flát sem blásið hefur verið með köfnunarefni (3.8), plötunni er snúið um 90° og sett í flátið (6.4.6) og ferðafasinn látinn færast fram í hina áttina (einnig í myrkri) þangað til hann hefur náð línunni sem dregin er á virka lag plötunnar. Platan er tekin upp úr flátinu og ferðafasinn látinn gufa upp.
- 6.4.8. Platan er sett í flát með jöðgasi í 10 mínútur (6.3) og tvær víddir grafsins túlkaðar með því að nota R_f -gildi og liti tilvísunarefnanna sem fengu samskonar meðhöndlun á sama tíma (í töflu II. er að finna leiðbeiningar um R_f -gildin og litina).

Athugasemd

Til að fá sem mestan lit á blettina er loft látið leika um grafið í hálf klukkustund eftir skiljun.

- 6.4.9. Hægt er að sannprófa hvort oxunarlitarefnin sem fundust samkvæmt 6.4.8 séu áreiðanlega til staðar með því að endurtaka aðgerðina sem lýst er í 6.4.1 – 6.4.8 og bæta við á 1. grunnpunkt, ofan á magn sýnisútdráttisins sem tilgreindur er í 6.4.2, 1 μl af tilvísunarefnunum sem greindust í 6.4.8. Ef ekki finnast neindir aðrir blettir en þeir sem eru á grafinu sem fékkst í 6.4.8, er túlkun þess rétt.

TAFLA II.
Litur tilvísunarefnanna eftir skiljun og framköllun þeirra í joðgasi

Tilvísunarefni	Litur eftir framköllun í joðgasi
R	drapplitur
P	brúnn
α -N	fjólublár
β -N	ljósbrúnn
H	fjólubrúnn
MPD	gulbrúnn
PPD	fjólubrúnn
MTD	dökkbrúnn
PTD	gulbrúnn
DAP	dökkbrúnn
OAP	appelsínugulur
MAP	gulbrúnn
PAP	fjólubrúnn
2-NPPD	brúnn
4- NOPD	appelsínugulur

Skýringarmynd 1

Stefna II

III. AÐGREINING OG ÁKVÖRDUN NÍTRÍTS**A. AÐGREINING**

1. **MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ**

Með þessari aðferð má aðgreina nítrít í snyrtivörum, einkum í kremum og pöstum.
2. **MEGINREGLA**

Ef nítrít er til staðar myndast litaðar afleiður með 2-amínóbensaldehýðfenýlhýdrasón (Nitrin ®).
3. **HVARFEFNI**

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

 - 3.1. Þynnt brennisteinssýra: 2 ml af óblandaðri brennisteinssýru ($d_4^{20} = 1,84$) eru þynntir með 11 ml af eimuðu vatni.
 - 3.2. Þynnt saltsýra: 1 ml af óblandaðri saltsýru ($d_4^{20} = 1,19$) er þynntur með 11 ml af eimuðu vatni.
 - 3.3. Metanól
 - 3.4. Lausn af 2-amínóbensaldehýðfenýlhýdrasóni (Nitrin ® hvarfefni) í metanóli.

Vegin eru 2,0 g af Nitrin ® og sett í 100 ml mælikolbu. 4 ml af þynntri saltsýru (3.2) er bætt út í í dropatali og hrist. Fyllt er að markinu með metanóli og blandað saman þangað til lausnin verður alveg tær. Lausnin er geymd í brúnni glerflösku (4.3).
4. **BÚNAÐUR**
 - 4.1. Bikarglós, 50 ml
 - 4.2. Mælikolba, 100 ml
 - 4.3. Brún glerflaska, 125 ml
 - 4.4. Glerplata, 10 x 10 cm
 - 4.5. Plastspaði
 - 4.6. Súpappír, 10 x 10 cm
5. **VINNUAÐFERÐ**
 - 5.1. Hluta af sýninu sem rannsaka á er dreift jafnt á glerplötu (4.4) þannig að þykkt þess verði ekki meiri en 1 cm.
 - 5.2. Ein örka af súpappír (4.6) er gegnbleytt í eimuðu vatni. Hún er síðan lögð yfir sýnið og þrýst niður með plastspaða (4.5).
 - 5.3. Beðið er í eina mínútu og á miðju súpappírsins eru síðan settir:
 - tveir dropar af þynntri brennisteinssýru (3.1),
 - og því næst tveir dropar af Nitrin ® lausninni (3.4).
 - 5.4. Súpappírinn er tekinn eftir 5 – 10 sekúndur og skoðaður vandlega í dagsljósi. Ef nítrít er til staðar kemur purpurarauður litur í ljós.

Ef nítrítmagnið er lágt verður purpurarauði liturinn að gulum lit eftir 5 – 15 sekúndur. Litabreyting þessi á sér stað eftir aðeins eina til tvær mínútur þegar mikið magn af nítríti er til staðar.

6. ATHUGASEMD

Styrkleiki purpurarauða litsins og tíminn sem líður uns hann breytist í gulan lit sýnir magn nítríts í sýninu.

B. ÁKVÖRDUN

1. MARKMIÐ

Hér er lýst aðferð til að ákvarða nítrít í snyrtivörum.

2. SKILGREINING

Magn nítríts í sýninu sem ákvarðað er samkvæmt þessari aðferð er gefið upp sem hundradshluti miðað við massa natríumnítríts.

3. MEGINREGLA

Þegar sýnið hefur verið þynnt með vatni og gert tært er nítrítið sem til staðar er látið hvarfast við súlfanílamíð og N-1-naftýletýlendíamín og ísog útdráttisins mælt við 538 nm (nanómetra) bylgjulengd.

4. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

4.1. Skíringarhvarfefni : hvarfefni þessi má ekki nota lengur en í eina viku eftir tilreiðslu þeirra.

4.1.1. Carrez-hvarfefni-I:

106 g af kalíumsýanferrati(II) $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ eru leyst upp í eimuðu vatni og þynnt með vatni að 1 000 ml.

4.1.2. Carrez hvarfefni-II:

219,5 g af sinkasetati, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, og 30 ml af ísediki eru leyst upp í eimuðu vatni og þynnt með vatni að 1 000 ml.

4.2. Natríumnítrítlausn:

0,500 g af natríumnítríti eru leyst upp í eimuðu vatni í 1 000 ml mælikolbu og þynnt með vatni að markinu. 10,0 ml af þessari stöðluðu stofnlausn eru þynntir með vatni í 500 ml; 1 ml af seinni lausninni = 10 μ g af $NaNO_2$.

4.3. Natríumhýdroxíðlausn, 1N

4.4. Súlfanílamíð í saltsýru, 0,2%:

2,0 g af súlfanílamíð eru leyst upp í 800 ml af vatni með því að hita lausnina. Lausnin er kæld og 100 ml af óblandaðri saltsýru bætt út í um leið og hrært er í. Lausnin er þynnt með vatni í 1 000 ml.

4.5. Saltsýra, 5 N

4.6. N-1-naftýlhvarfefni:

Þessa lausn skal tilreiða sama dag og hún er notuð. 0,1 g af N-1-naftýletýlendíamíndíhýdróklóríð er leyst upp í vatni og þynnt með vatni í 100 ml.

5. BÚNAÐUR

5.1. Fínvog

5.2. Mælikolbur, 100, 250, 500 og 1 000 ml

5.3. Belgrennipípur eða kvarðaðar rennipípur

- 5.4. Mæliglös, 100 ml
 - 5.5. Fellingarsúpappír, án nítríts, þvermál: 15 cm
 - 5.6. Vatnsbað
 - 5.7. Litrófsmælir með 1 cm glerkúvettum
 - 5.8. pH-mælir
 - 5.9. Smárennipípur, 10 ml
 - 5.10. Bikarglös, 250 ml
 6. VINNUAÐFERÐ
 - 6.1. Vegin eru um 0,5 g (m grömm), með 0,1 mg nákvæmni, af einsleita sýninu og sett í 250 ml bikarglas (5.10), heitu eimuðu vatni er bætt út í þannig að rúmmálið verði um það bil 150 ml. Bikarglasið (5.10) er sett í vatnsbað (5.6) við 80°C í hálfu klukkustund. Á meðan er innihaldið hrist af og til.
 - 6.2. Lausnin er kæld niður í stofuhita og fyrst 2 ml af Carrez-hvarfefni-I (4.1.1) og síðan 2 ml af Carrez-hvarfefni-II bætt úr í (4.1.2) um leið og hrært er í.
 - 6.3. 1 N natríumhýdroxíðlausn (4.3) er bætt út í og sýrustigið fært að 8,3 (með pH-mæli (5.8)). Lausnin er flutt yfir í 250 ml mælikolbu (5.2) og fyllt að markinu með eimuðu vatni.
 - 6.4. Innihaldinu er blandað saman og það síað í gegnum fellingarsúpappír (5.5)
 - 6.5. Viðeigandi skammtur (V ml) af tæra síuvökvanum er fluttur með rennipípu (5.3), þó ekki meira en 25 ml, yfir í 100 ml mælikolbu (5.2) og eimuðu vatni bætt út í að 60 ml.
 - 6.6. Að blöndun lokinni eru 10,0 ml af súlfanflamíðsaltsýrulausn (4.4) bætt út í og síðan 6,0 ml af 5 N saltsýru (4.5). Þessu er blandað saman og látið standa í fimm mínútur. 2,0 ml af N-1-naftýlhvarfefni (4.6) er bætt út í, blandað saman og blandan látin biða í þrjár mínútur. Fyllt er að markinu með vatni og blandað saman.
 - 6.7. Núllpróf er undirbúið með því að endurtaka aðgerðirnar í 6.5 og 6.6 án þess að bæta við N-1-naftýlhvarfefninu (4.6).
 - 6.8. Ljósþéttni lausnarinnar sem fæst samkvæmt 6.6 er mæld (5.7) við 538 nm bylgjulengd með því að hafa núlllausnina (6.7) til viðmiðunar.
 - 6.9. Natríumnítrítmagn í míkrogrömmum í hverjum 100 ml lausnarinnar (m_1 μ g), sem samsvarar ljósþéttinni sem mæld er í 6.8, er lesið af kvörðunarferlinum (6.10).
 - 6.10. Teiknaður er kvörðunarferill fyrir lausnir með styrkinn 0, 20, 40, 60, 80, 100 μ g af natríumnítríti fyrir hverja 100 ml með því að nota lausnina sem inniheldur 10 μ g natríumnítrít fyrir hvern millilítra (4.2).
 7. ÚTREIKNINGAR
- Natríumnítrítmagn sýnisins er reiknað út sem hundraðshluti miðað við massa með eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{NaNO}_2 = \frac{250}{V} \times m_1 \times 10^{-6} \times \frac{100}{m} = \frac{m_1}{V \times m \times 40}$$

þar sem:

m = massi sýnisins sem greina á í grömmum (6.1),

m₁ = magn natríumnítríts sem fundust í 6.9 í míkrogrömmum,

V = magn síuvökvans sem notað er við mælinguna (6.5) í millílítrum.

8. TVÍMÆLINGAGILDI (¹)

Ef natríumnítrítmagn er um 0,2% m/m má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,005%.

IV. AÐGREINING OG ÁKVÖRÐUN ÓBUNDINS FORMALDEHÝÐS

1. MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst aðferð til að aðgreina og ákvarða óbundið formaldehyð. Hægt er að beita þessari aðferð á allar snyrtivörur og skiptist hún í þrjá hluta:

1.1. Aðgreining

1.2. Ákvörðun með pentan-2,4-díón litmælingu

Ekki er hægt að nota þessa aðferð ef formaldehyðið er samtengt eða fjölliðað eins og hjá formaldehyðgjöfum. Ef niðurstaðan er umfram leyfilegan hámarksstyrk ber að nota eftirfarandi aðferð.

1.3. Ákvörðun með bísúlfíti

Samkvæmt þessari aðferð er flestum samtengdum eða fjölliðuðum samböndum formaldehyðs sleppt. Tiltekin óstöðug sambönd (t.d. hexametylentetramín) eru samt sem áður ákvörðuð. Auk þess eru sýrustigsmælingar erfiðar viðfangs ef jafnalausn er til staðar.

2. SKILGREINING

Óbundið formaldehyðmagn sýnisins sem ákvarðað er í samræmi við þessa aðferð er gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa.

3. MEGINREGLA

3.1. I. hluti — Aðgreining

Schiff-hvarfefni með formaldehyði í brennisteinssýru verður bleikt eða ljósflublátt að lit.

3.2. II. hluti — Ákvörðun með pentan-2, 4-díón

Formaldehyð hvarfast við pentan-2, 4-díón ef ammóníumasetat er til staðar og myndar 3, 5-díasetýl-1, 4-dihýdrólútídín. Efnasamband þetta er dregið út með bútan-1-óli og ljósþéttni þeirrar lausnar mæld við 410 nm bylgjulengd.

(¹) Sjá ISO-staðal 5725.

- 3.3. **III. hluti — Ákvörðun með bísúlfíti**
Formaldehýð hvarfast við súlfít í súru umhverfi við 0°C og myndar viðbótarefnasamband. Umframróteindir eru títraðar með natríumhýdroxíði. Útreikningur til þess að ákvarða magn formaldehýðs grundvallast á róteindunum sem eru notaðar. Núllpróf án súlfíts gerir kleift að mæla hversu súrt eða basískt umhverfið er.
4. HVARFEFNI
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 4.1. Ísedik
- 4.2. Vatnsfrítt ammóníumasetat
- 4.3. Bútan-1-ól
- 4.4. Brennisteinssýra, um 2 N
- 4.5. Nýlega tilreidd natríumsúlfítláusn, 0,1 M
- 4.6. Sciff-hvarfefni
100 mg af fúksín eru vegin, sett í bikarglas og leyst upp í 75 ml við 80°C.
Að kælingu lokinni er 2,5 g af natríumsúlfítheptahýdrati ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) og 1,5 ml af óblandaðri saltsýru ($d_4^{20} = 1,19$) bætt út í. Fyllt er að 100 ml markinu.
(Ekki er hægt að nota þetta hvarfefni lengur en í tvær vikur.)
- 4.7. Pentan-2,4-díónhvarfefni
Í 1 000 ml mælikolbu eru leyst upp:
150 g ammóníumasetat (4.2),
2 ml pentan-2, 4-díón (nýeimað við lækkaðan þrýsting — einskis ísogs ætti að verða vart við 410 nm bylgjulengd),
3 ml ísedik (4.1).
Fyllt er að 1 000 ml markinu með vatni (pH lausnarinnar: um 6,4)
Hvarfefni þetta skal vera nýlega tilreitt.
- 4.8. Staðallausn brennisteinssýru, 0,1N
- 4.9. Staðallausn natríumhýdroxíðs, 0,1N
- 4.10. Joðlausn, 0,1N
- 4.11. Natríumþíósúlfat, 0,1N
- 4.12. Stofnlausn formaldehýðs
5 g af 37 – 40% formaldehýðlausn er hellt í 1 000 ml mælikolbu og fyllt að 1 000 ml markinu.
Styrkur lausnarinnar er ákvarðaður á eftirfarandi hátt: 10,00 ml eru teknir; 25,00 ml af 0,1 N staðaljoðlausn (4.10) og 10 ml af 1N natríumhýdroxíðlausn er bætt út í.
Lausnin er látin standa í fimm mínútur.
11 ml af 1N HCL er bætt út í og umfram 0,1N joðstaðallausnin (4.10) títruð með 0,1N staðalnatriumþíósúlfatlausn (4.11) með því að nota sterkjulausn sem litvísi.
1 ml af 0,1N joðlausn (4.10) sem notuð er samsvarar 1,5 mg af formaldehýði.
- 4.13. Tilvísunarlausn formaldehýðs
5,00 ml af stofnlausn (4.12) eru fluttir með rennipípu yfir í 100 ml mælikolbu og fyllt að 100 ml markinu með afjónuðu vatni.
5,00 ml af ofangreindri lausn eru fluttir með rennipípu yfir í 500 ml mælikolbu og fyllt að 500 ml markinu með afjónuðu vatni.
1 ml af þessari lausn inniheldur um 1 µg af formaldehýði.
Magnið er reiknað út nákvæmlega.
- 4.14. Þýmólfталínlausn, 0,1g/100 ml af 50% etanóli
- 4.15. Tilvísunarhvarfalausn: eins og hvarfefni í 4.7 en án pentan-2, 4-díóns
5. BÚNAÐUR
- 5.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu
- 5.2. Fasaskiljunarsía, Whatman 1 PS (eða sambærilegt)
- 5.3. Miðflóttaafllsskilja

- 5.4. Litrófsmælir
- 5.5. 1 cm glerkúvettur
- 5.6. Breytviðnámsmælir með sjálfvirkum skrifara
- 5.7. Gler/kalómelrafskaut (mælt er með sérstökum lágitarafskaut)
6. VINNUAÐFERÐ
- 6.1. **Aðgreining**
- 6.1.1. Vegin eru 2 g af rannsóknarsýninu og sett í 10 ml bikarglas.
- 6.1.2. Tveimur dropum af 2 N brennisteinssýru (4.4) er bætt við og 2 ml af Schiff-hvarfefni (4.6) (þetta hvarfefni verður að vera algjörlega litlaust við notkun).
Bikarglasið er hrist og látið standa í fimm mínútur.
- 6.1.3. Ef bleikur eða ljósfjólublár litblær kemur í ljós innan fimm mínútna inniheldur lausnin meira en 0,01% af formaldehýði og skal ákvarða það samkvæmt aðferðinni í 6.2 og, ef þörf krefur, aðferðinni í 6.3.
- 6.2. **Ákvörðun með pentan-2, 4-díón litmælingu**
- 6.2.1. *Sýnislausn*
- 6.2.1.1. Vegið er með 0,001 g nákvæmni það magn (m grömm) rannsóknarsýnisins, sem samsvarar áætluðu magni formaldehýðs, um það bil 150 μ g, og sett í 100 ml mælikolbu.
- 6.2.1.2. Fyllt er að 100 ml marki með afjónuðu vatni og blandað saman.
- 6.2.1.3. Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:
10,00 ml lausn samkvæmt 6.2.1.2,
5,00 ml af pentan-2,4-díónhvarfefni (4.7),
afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.
- 6.2.2. *Tilvísunarlausn*
- Tilvísunarlausnin er notuð til að útiloka mögulega truflun sem stafar af bakgrunnslitum í rannsóknarsýninu.
Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:
10 ml af lausninni í 6.2.1.2,
5 ml af tilvísunarlausn hvarfefnisins (4.15),
afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.
- 6.2.3. *Nálllausn*
- Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:
5,00 ml af pentan-2,4-díónhvarfefni (4.7),
afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.
- 6.2.4. *Ákvörðun*
- 6.2.4.1. Kolburnar í 6.2.1.3, 6.2.2 og 6.2.3 eru hristar og hafðar í vatnsbaði við 60°C í nákvæmlega 10 mínútur. Kolburnar eru síðan kældar í tvær mínútur í ísvatni.

- 6.2.4.2. Lausnir eru fluttar yfir í 50 ml skiltrekkir sem hver um sig inniheldur 10 ml af bútan-1-óli (4.3). Hver kolba er skoluð með 3 – 5 ml af vatni og skolvatninu bætt út í trekkirnar. Blandan er hrist vandlega í nákvæmlega 30 sekúndur. Fasarnir eru síðan látnir skiljast.
- 6.2.4.3. Vökvarnir eru síaðir í gegnum fasaskiljunarsíu niður í kúvettunarnar. Miðflótttaafllsskiljun (5 000 snún./mín. í fimm mínútur) er ekki eins hagkvæm og er tímafrekari.
- 6.2.4.4. Ljósþéttni A_1 útdráttis sýnislausnarinnar í 6.2.1.3 er mæld við 410 nm bylgjulengd gagnvart útdrætti tilvísunarlausnarinnar í 6.2.2.
- 6.2.4.5. Á sama hátt er útdráttur núlllausnarinnar í 6.2.3 mældur gagnvart bútan-1-óli (A_2).

Athugasemd

Framkvæma skal allar þessar aðferðir innan 25 mínútna frá því augnabliki sem Erlenmeyer-kolburnar eru settar í 60°C heitt vatnsbað.

6.2.5. *Kvörðunarferill*

- 6.2.5.1. Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:

5,00 ml af staðallausn (4.13),
5,00 ml af pentan-2, 4-díón hvarfefninu (4.7),
afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.

- 6.2.5.2. Haldið er áfram eins og lýst er í 6.2.4.5, ljósþéttin er síðan mæld gagnvart bútan-1-óli (4.3).

- 6.2.5.3. Aðferðin er endurtekin með 10, 15, 20 og 25 ml af staðallausninni.

- 6.2.5.4. Til þess að fá fram núllgildið er farið að eins og lýst er í 6.2.4.5.

- 6.2.5.5. Teiknaður er kvörðunarferill eftir að núllgildið (6.2.4.5) hefur verið dregið frá hverju ljósþéttigildi sem fékkst samkvæmt 6.2.5.2 og 6.2.5.3. Beers-lögmálið gildir upp að 30 μg af formaldehyði.

6.3. **Ákvörðun með bísúlfítí**

- 6.3.1. *Undirbúningur rannsóknarsýnisins*

- 6.3.1.1. Fyrir prófið:

Vegið er með 0,001 g nákvæmni það magn (m grömm) rannsóknarsýnisins, sem samsvarar áætluðu magni formaldehyðs, um það bil 3 – 20 mg, og sett í fyrirfram vegið bikarglas.

- 6.3.1.2. Fyrir tilvísunarprófið
Tilvísunarrannsóknarsýnið er vegið (m grömm) á sama hátt.

6.3.2. *Ákvörðun*

- 6.3.2.1. 50,00 ml af 0,1 M natríumsúlfíttlausn (4.5) er sett í 100 ml bikarglas og 10,00 ml af 0,1 N brennisteinssýru (4.8) bætt út í. Bikarglasið er hrist.

- 6.3.2.2. Bikarglasið er sett í blöndu af ís og salti til þess að viðhalda hita lausnarinnar við +2°C. Rannsóknarsýninu, í 6.3.1.1, er síðan hellt út í.

- 6.3.2.3. Títarð er með hraði, breytiviðnámsmælir notaður, með 0,1 N natríumhýdroxíði (4.9), hrist án afláts og hitanum haldið á bilinu + 2 – + 4°C (hlutlausni punkturinn er á bilinu pH 9 – 11). V_1 táknar rúmmál 0,1N natríumhýdroxíðs (4.9) sem notað er.

6.3.3. *Núllpróf*

Viðbótarlausn sem tilreidd er samkvæmt 6.3.2.1 er títruð við aðstæður sem lýst er í 6.3.2.

V₂ táknar rúmmál 0,1 N natríumhýdroxíðs (4.9) sem notað er.

6.3.4. *Tilvísunarpróf*

Súrleiki eða basískur eiginleiki sýnisins er ákvarðaður með títrun með breytiviðnámsmæli með 0,1 N natríumhýdroxíði (4.9) eða 0,1 N brennisteinssýru (4.8) í rannsóknarsýni m'. V' táknar rúmmál 0,1N natríumhýdroxíðs eða brennisteinssýru 0,1 N sem notað er.

6.3.5. *Athugasemdir*

Mikilvægt er að fylgjast náið með aðstæðum á meðan á mælingu stendur.

Mögulegt er að nota þýmólfalín (4.14) sem litvísi við ákvörðunina.

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

7.1. **Útreikningar fyrir litmælingaraðferðina**

7.1.1. A₂ er dregið frá A₁ og síðan er C-magn formaldehýðs í míkrogrömmum í próflausninni (6.2.1.3) lesið af kvörðunarferlinum (6.2.5.5).

7.1.2. Formaldehýðmagn sýnisins er reiknað út sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m) með eftirfarandi formúlu:

$$\text{formaldehýðmagn í \%} = \frac{C}{10^3 \times m}$$

7.2. **Útreikningar fyrir bísúlfítítitrúnaraðferðina**

Rúmmál 0,1N natríumhýdroxíðs (4.9) eða 0,1N brennisteinssýru (4.8) sem notað er í viðmiðunarprófinu er tengt massanum m:

$$v = \frac{v' \cdot m}{m'}$$

Í hlutlausri vöru er v að sjálfsgöðu 0

7.2.1. Ef um súra vöru er að ræða:

$$\text{formaldehýðmagn í \%} = \frac{0,30 (V_2 - V_1 + v)}{m}$$

7.2.2. Ef um basíska vöru er að ræða:

$$\text{magn formaldehýðs í \%} = \frac{0,30 (V_2 - V_1 - v)}{m}$$

7.3. **Athugasemd**

Ef niðurstöður aðferðanna tveggja eru ólíkar ber aðeins að styðjast við lægri töluna.

8. **TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾**

Ef formaldehýðmagn er um 0,2% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hlið-stæðan hátt á sama sýninu ekki að vera meiri en sem nemur raungildinu 0,005% í litmælingunni og 0,05% í bísúlfítítitrúnaraðferðinni.

⁽¹⁾ Sjá ISO-staðal 5725.

V. ÁKVÖRDUN RESORSÍNÓLS Í HÁRÞVOTTALÖGUM OG HÁRSNYRTIVÖKVUM

1. MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst gasgreiningaraðferð við ákvörðun resorsínóls í hárfvottalögum og hársnyrtivökum. Aðferð þessi er heppileg ef styrkur resorsínóls í sýninu er á bilinu 0,1 – 2% miðað við massa.

2. SKILGREINING

Resorsínólmagn sýnisins sem ákvarðað er með þessari aðferð er gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa.

3. MEGINREGLA

Resorsínól og 3,5-díhýdroxýtólúen, (5-metýlresorsínól) sem bætt er við sem innri staðli, eru skilin frá sýninu með þunnlagsskiljun. Bæði efnasamböndin eru einangruð með því að skafa af blettina sem þau mynda á þunnlagsplötunni og draga þau út með metanóli. Að lokum eru efnasamböndin, sem dregin hafa verið út, þurrkuð, sífleruð og ákvörðuð með gasgreiningu.

4. HVARFEFNI

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.

4.1. Saltsýra, 25% (m/m)

4.2. Metanól

4.3. Etanól, 96% (v/v)

4.4. Tilbúnað kísilhlaupsþunnlagsplötur (úr plasti eða áli) með flúrljómunarvísi. Virkni platnanna er minnkuð á eftirfarandi hátt: venjulegar forhúðaðar kísilplötur eru úðaðar með vatni þangað til þær verða gljáandi. Plöturnar eru síðan látnar þorna við stofuhita í eina til þrjár klukkustundir.

Athugasemd

Ef virkni platnanna er ekki minnkuð getur resorsínól tapast vegna eingengs aðsogs kísilhlaupsins.

4.5. Ferðafasi; aseton — klóróform — ediksýra (20:75:5 miðað við rúmmál).

4.6. Staðallausn resorsínóls; 400 mg af resorsínóli eru leyst upp í 100 ml af 96% etanóli (4.3) (1 ml svarar til 4 000 µg af resorsínóli).

4.7. Innri staðallausn; 400 mg 3, 5-díhýdroxýtólúen (DHT) eru leyst upp í 100 ml af 96% etanóli (4.3) (1 ml svarar til 4 000 µg af DHT).

4.8. Stöðluð efnablanda; 10 ml af lausn samkvæmt 4.6 og 10 ml af lausn samkvæmt 4.7 er blandað saman í 100 ml mælikolbu, fyllt er að markinu með 96% etanóli (4.3) og blandað saman (1 ml svarar til 400 µg af resorsínóli og 400 µg af DHT).

4.9. Efni til sífleringar:

4.9.1. N, O-bis-(trímetylsilýl) trífúorasetamíð (BSTFA)

4.9.2. Hexametyldísílasan (HMDS)

- 4.9.3. Trímetylklórósílan (TMCS)
5. BÚNAÐUR
- 5.1. Venjulegur búnaður fyrir þunnlagsskiljun og gasgreiningu
- 5.2. Glerbúnaður
6. VINNUAÐFERÐ
- 6.1. **Undirbúningur sýnisins**
- 6.1.1. Vegið er nákvæmlega prófsýni (m grömm) af vörinni sem inniheldur um 20 – 50 mg af resorsínóli og sett í 150 ml bikarglas.
- 6.1.2. Blandan er sýrð með saltsýru (4.1) (nota þarf um það bil 2 – 4 ml), 10 ml (40 mg DHT) af innri staðallausn er bætt út í (4.7.) og blandað saman. Innihald bikarglassins er flutt með etanóli (4.3.) yfir í 100 ml mælikolbu, fyllt er að markinu með etanóli og blandað saman.
- 6.1.3. 250 μ l af lausninni (6.1.2) eru settir á kísilhlaupsplötu með minnkaðri virkni (4.4) í samfellda línu, um það bil 8 cm að lengd. Mikilvægt er að hafa línuna eins mjóa og unnt er.
- 6.1.4. 250 μ l af stöðluðu blöndunni (4.8) eru settir á sömu plötuna og á sama hátt (6.1.3).
- 6.1.5. 5 μ l af hvorri lausn samkvæmt 4.6 og 4.7 eru settir á tvo punkta á byrjunarlínuna til að auðvelda staðsetningu þeirra eftir að plöturnar hafa verið framkallaðar.
- 6.1.6. Platan er höfð í ófóðruðu (ómettuðu) fláti fullu af ferðafasa í (4.5) þangað til hann hefur færst fram um 12 cm frá byrjunarlínunni sem venjulega tekur um 45 mínútur. Platan er látin þorna og resorsínól/DHT-svæðið afmarkað undir útfjólubláu ljósi (254 nm). Efnasamböndin hafa bæði um það bil sama R_f gildið. Rendurnar eru merktar með blýanti 2 mm frá ytri, dökku markalínunni. Þessi svæði eru fjarlægð og aðseygjunum úr hvorri rönd safnað saman.
- 6.1.7. Aðseygjunar sem innihalda sýnið eru dregnar út og sogefnið sem inniheldur staðallausnina á eftirfarandi hátt:
2 ml af metanóli (4.2) er bætt út í og hrært án afláts í blöndunni í eina klukkustund. Efnablandan er síuð og útdrátturinn endurtekinn með 2 ml af metanóli í 15 mínútur til viðbótar.
- 6.1.8. Útdrættirnir eru sameinaðir og leysiefnið látið gufa upp yfir nótt í lofttæmdum þurrkara með viðeigandi þerriefni. Upphitun er óheimil.
- 6.1.9. Leifarnar (6.1.8) eru silfleraðar (6.1.8) annaðhvort eins og lýst er í 6.1.9.1 eða 6.1.9.2.
- 6.1.9.1. 200 μ l af BSTFA (4.9.1) er bætt við með smásprautu og efnablandan látin standa í lokuðu fláti við stofuhita í 12 klukkustundir.
- 6.1.9.2. 200 μ l af HMDS (4.9.2) og 100 μ l af TMCS (4.9.3) er bætt út í með smásprautu og efnablandan hituð í lokuðu í láti við 60°C í 30 mínútur. Efnablandan er síðan kæld.
- 6.2. **Gasgreining**
- 6.2.1. *Aðstæður við gasgreiningu*
Aðgreining súlunnar skal vera þannig að R sé 1,5 eða hærra, þar sem:

$$R = \frac{2d'(r_2 - r_1)}{w_1 + w_2}$$

þar sem:

- r_1 og r_2 = rástími fyrir tvo toppa í mínútum,
 w_1 og w_2 = breidd þessara toppa við hálfu hæð í millímetrum
 d' = hraði skrifarans í mm/mín.

Súla sem reynst hefur henta og heppilegar aðstæður við gasgreiningu:

Efni	súlunnar:	ryðfrítt stál
	lengd:	200 cm
	innra þvermál:	~ 3mm
	fylliefni:	10% OV – 17 á krómósorbi WAW, 100 – 120 mesh

Logajónunarnemi

Hiti:

súla:	185°C (jafnhiti)
nemi:	250°C
sýnishólf:	250°C
Burðarlofttegund:	köfnunarefni
flæði:	45 ml/mín.

Flæði köfnunarefnis og lofts er stillt með því að fylgja leiðbeiningum framleiðandans.

- 6.2.2. 1 – 3 μ l af lausninni sem fengin er samkvæmt 6.1.9 er sprautað inn í gasgreininn. Sprautað er fimm sinnum fyrir hverja lausn (6.1.9), flatarmál toppanna mælt, meðaltalið fundið og hlutfallið milli flatarmáls toppanna síðan reiknað út: $S = \text{flatarmál resorsínóltoppins} / \text{flatarmál DHT-toppins}$.

7. ÚTREIKNINGAR

Resorsínólstyrkur sýnisins, sem gefinn er upp sem hundraðshluti miðað við massa (% m/m), er fundinn með eftirfarandi formúlu:

$$\% \text{ resorsínól} = \frac{4}{M} \times \frac{S_{\text{sýni}}}{S_{\text{staðalefnablenda}}}$$

þar sem:

M	=	prófsýni í grömmum (6.1.1),
$S_{\text{sýni}}$	=	meðalhlutfall flatarmáls topps fyrir sýnislausnina, samkvæmt 6.2.2,
$S_{\text{staðalefnablenda}}$	=	meðalhlutfall flatarmáls topps fyrir staðalefnablönduna, samkvæmt 6.2.2.

8. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef resorsínólmagn er um 0,5% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,025%.

VI. ÁKVÖRÐUN METANÓLS MIÐAÐ VIÐ ETANÓL EÐA PRÓPAN-2-ÓL

1. MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ

Hér er lýst aðferð til að greina metanól í öllum tegundum snyrtivara (þar með talinn úði) með gasgreiningu.

Hægt er að ákvarða hlutfallslegan styrk frá 0 – 10%.

2. SKILGREINING

Metanólmagn sem ákvarðað er samkvæmt þessari aðferð er gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa metanóls miðað við etanól eða própan-2-ól.

3. MEGINREGLA

Ákvörðunin er gerð með gasgreiningu.

⁽¹⁾ Sjá ISO-staðal 5725.

4. HVARFEFNI
Hvarfefnin verða að standast kröfur um greiningarhreinleika.
- 4.1. Metanól
- 4.2. Óblandað etanól
- 4.3. Própan-2-ól
- 4.4. Klóróform, þvegið með vatni til að leysa það frá alkóhóli.
5. BÚNAÐUR
- 5.1. Gasgreining:
með varmaleiðninema fyrir úðasýni,
með logajónunarnema fyrir önnur sýni en úðasýni.
- 5.2. Mælikolbur, 100 ml
- 5.3. Rennipípur, 2 ml, 20 ml, 0 – 1 ml
- 5.4. Smásprautur 0 – 100 μ l og 0 – 5 μ l
og (aðeins fyrir úðasýni) sérstakar loftþéttar sprautur með loka (sjá sýnatökuaðferð, skýringarmynd 5 (¹)).
6. VINNUAÐFERÐ
- 6.1. **Undirbúningur sýnis**
- 6.1.1. Úðasýni eru undirbúin samkvæmt II. kafla viðaukans við tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 80/1335/EBE frá 22. desember 1980 (¹) og síðan mæld með gasgreiningu við aðstæður sem greint er frá í 6.2.1.
- 6.1.2. Önnur sýni en úðasýni sem undirbúin eru samkvæmt ofangreindum II. kafla eru þynnt með vatni þangað til styrkur etanóls eða própan-2-óls er 1–2%, og síðan mæld með gasgreiningu við aðstæður sem greint er frá í 6.2.2.
- 6.2. **Gasgreining**
- 6.2.1. Varmaleiðninemi er notaður fyrir úðasýni.
- 6.2.1.1. Súlan er fyllt með 10% hallkómíði M18 á krómósorbi WAW, 100 – 200 *mesh*.
- 6.2.1.2. Aðgreining súlunnar skal vera þannig að R sé 1,5 eða hærra, þar sem
- $$R = 2 \frac{d' r_2 - d' r_1}{w_1 + w_2}$$
- þar sem:
- r_1 og r_2 = rástími fyrir tvo toppa í mínútum,
 w_1 og w_2 = breidd þessara toppa við hálfa hæð í millímetrum,
 d' = hraði skrifarans í mm/mín.
- 6.2.1.3. Við eftirfarandi aðstæður er hægt að ná þessari aðgreiningu:
- | | | |
|------|-------------------------------------|---------------|
| Efni | súlunnar: | ryðfrítt stál |
| | lengd: | 3,5 m |
| | innra þvermál: | 3mm |
| | Brúarstraumur í varmaleiðninemanum: | 150 mA |

(¹) Stjótíð. EB nr. L 383, 31.12. 1980, bls. 27.

Burðarlofttegund:	helíum
þrýstingur:	2,5 bar
flæði:	45 ml/mín.

Hiti:	
sýnishólf:	150°C
nemi:	150°C
súluofn:	65°C

Hægt er bæta flatarmálmælingu toppanna með sjálfvirkri heildun.

6.2.2. Fyrir önnur sýni en úðasýni:

6.2.2.1. Súlan er fyllt með krómósorbi 105 eða pórapaki QS og logajónunarneminn notaður.

6.2.2.2. Aðgreining súlunnar skal vera þannig að R sé 1,5 eða hærra, þar sem

$$R = 2 \frac{d'_{r_2} - d'_{r_1}}{w_1 + w_2}$$

r_1 og r_2 = rástími fyrir tvo toppa í mínútum,

w_1 og w_2 = breidd þessara toppa við hálfá hæð í millímetrum,

d' = hraði skrifarans í mm/mín.

6.2.2.3. Aðgreining þessi hefur fengist við eftirfarandi aðstæður:

Efni súlunnar:	ryðfrítt stál
lengd:	2 m
þvermál:	3 mm

Næmi rafspennumælis: 8×10^{-10} A

Lofteggundir:

burðarlofttegund:	köfnunarefni
þrýstingur:	2,1 bar
flæði:	40 ml/mín.

Stuðningslofttegund	vetni
þrýstingur	1,5 bar
flæði:	20 ml/mín.

Hiti:	
sýnishólf:	150°C
nemi:	230°C
súluofn:	120 – 130°C

7. KVÖRÐUNARFERILL

7.1. Við gasgreiningaraðferðina í 6.2.1 (súla með hallkómíði M 18) eru eftirfarandi staðlaðar efnablöndur notaðar. Efnablöndur þessar eru tilreiddar með því að nota rennipípur en nákvæmt magn er fundið með því að veга rennipípuna eða kolbuna eftir hverja viðbót.

Hlutfallslegur styrkur (m/m %)	Metanól ml	Etanól eða própan-2-ól (ml)	Klóróformi bætt við að rúmmáli
um það bil 2,5%	0,5	20	100 ml
um það bil 5,0%	1,0	20	100 ml
um það bil 7,5%	1,5	20	100 ml
um það bil 10,0%	2,0	20	100 ml

2 – 3 μ l er sprautað inn í gasgreininn við aðstæður sem lýst er í 6.2.1. Reiknað er út hlutfall milli flatarmáls metanóls-/etanólstoppanna eða metanóls-/própan-2-ólstoppanna fyrir hverja efnablöndu.

Teiknaður er kvörðunarferill:

X-ásinn: % metanóls miðað við etanól eða própan-2-ól,

Y-ásinn: hlutfall milli flatarmáls metanóls-/etanólstoppanna eða metanóls-/própan-2-ólstoppanna.

- 7.2. Við gasgreiningaraðferðina í 6.2.2 (pórapak QS eða krómósorb 105) eru notaðar eftirfarandi staðlaðar efnablöndur. Efnablöndur þessar eru tilreiddar með því að nota smásprautu og rennipípu en nákvæmt magn er fundið út með því að veга rennipípuna eða kolbuna eftir hverja viðbót.

Hlutfallslegur styrkur (m/m %)	Metanól μ l	Etanól eða própan-2-ól (ml)	Vatni bætt við að rúmmáli
um það bil 2,5%	50	2	100 ml
um það bil 5,0%	100	2	100 ml
um það bil 7,5%	150	2	100 ml
um það bil 10,0%	200	2	100 ml

2 – 3 μ l er sprautað inn í gasgreininn við aðstæður í 6.2.2.

Reiknað er út hlutfall milli flatarmáls metanóls-/etanólstoppanna eða metanóls-/própan-2-ólstoppanna fyrir hverja efnablöndu.

Teiknaður er kvörðunarferill þar sem:

X-ásinn: % metanóls miðað við etanól eða própan-2-ól,

Y-ásinn: hlutfall milli flatarmáls metanóls-/etanólstoppanna eða metanóls-/própan-2-ólstoppanna.

- 7.3. Kvörðunarferillinn skal vera bein lína.

8. TVÍMÆLINGAGILDI ⁽¹⁾

Ef metanólmagn er um 0,5% miðað við magn etanóls eða própan-2-óls má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,25%.

⁽¹⁾ Sjá ISO-staðal 5725.