

**TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR**

frá 4. apríl 1990

**um breytingu á annarri tilskipun 82/434/EBE um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi nauðsynlegar greiningaraðferðir til eftirlits með samsetningu snyrtivara****(90/207/EBE)**FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA  
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

*og að teknu tilliti til eftirfarandi:*

Í annarri tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 82/434/EBE frá 14. maí 1982 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi nauðsynlegar greiningaraðferðir til eftirlits með samsetningu snyrtivara <sup>(1)</sup> er mælt fyrir um almennar greiningaraðferðir við aðgreiningu og ákvörðun óbundins formaldehýðs.

Í ljósi nýrrar vísinda- og tækniþekkingar hefur reynst nauðsynlegt að breyta þessari greiningaraðferð.

Ráðstafanir sem kveðið er á um í þessari tilskipun eru í samræmi við álit nefndarinnar er sér um að breyta, í samræmi við tækniframfarir, tilskipunum um að ryðja úr vegi tæknilegum hindrunum á viðskiptum með snyrtivörum.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

*1. gr.*

Í stað IV. kafla viðaukans við tilskipun 82/434/EBE komi viðaukinn við þessa tilskipun.

*2. gr.*

Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórn-sýslufyrirmæli til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 31. desember 1990. Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

Í ákvæðum sem samþykkt verða samkvæmt fyrstu málsgrein skal vísað beint til þessarar tilskipunar.

*3. gr.*

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 4. apríl 1990.

*Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,*

Karel VAN MIERT  
*framkvæmdastjóri.*

<sup>(1)</sup> Stjtið. nr. L 185, 30. 6. 1982, bls. 1.

## VIÐAUKI

## „IV. AÐGREINING OG ÁKVÖRÐUN ÓBUNDINS FORMALDEHÝÐS

1. MARKMIÐ OG GILDISSVIÐ  
Þessi aðferð lýsir aðgreiningu og tvenns konar ákvörðun formaldehýðs eftir því hvort formaldehýðgjafar eru til staðar eða ekki. Hægt er að nota þessa aðferð fyrir allar tegundir snyrtivara.
- 1.1. **Aðgreining**
- 1.2. **Almenn ákvörðun með pentan-2,4-díón litmælingu**  
Hægt er að beita þessari aðferð þegar formaldehýð er notað eitt sér eða með öðrum rotvarnarefnum sem ekki eru formaldehýðgjafar.  
Ef ekki er um slíkt að ræða og ef niðurstaðan er umfram leyfilegan hámarksstyrk ber að nota eftirfarandi aðferð til staðfestingar.
- 1.3. **Ákvörðun ef formaldehýðgjafar eru til staðar**  
Í ofangreindri aðferð (1.2) klofna formaldehýðgjafarnir við myndun afleiða sem leiðir til of hárrar niðurstöðu (bundið og óbundið formaldehýð)  
Nauðsynlegt er að skilja óbundna formaldehýðið frá með vökvaskiljun.
2. SKILGREINING  
Óbundið formaldehýðmagn sýnisins sem ákvarðað er samkvæmt þessari aðferð er gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa.
3. AÐGREINING
- 3.1. **Meginregla**  
Schiff-hvarfefni með óbundnu eða bundnu formaldehýði í brennisteinssýru verður bleikt eða ljósfjólublátt að lit.
- 3.2. **Hvarfefni**  
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og vatnið skal vera afjónað.
- 3.2.1. Fúksín;
- 3.2.2. Natríumsúlfít, 7H<sub>2</sub>O;
- 3.2.3. Óblönduð saltsýra (d=1,19);
- 3.2.4. Brennisteinssýra, um það bil 1M;
- 3.2.5. *Schiff-hvarfefni:*  
100 mg af fúksín (3.2.1) eru vegin, sett í bikarglas og leyst upp í 75 ml af vatni við 80°C. Eftir kælingu er 2,5 g af natríumsúlfíti(3.2.2) bætt út í. Fyllt er að 100 ml markinu.  
Notist innan tveggja vikna.
- 3.3. **Vinnuaðferð**
- 3.3.1. Vegin eru 2 g af sýninu og sett í 10 ml bikarglas.
- 3.3.2. Bætt er við tveimur dropum af brennisteinssýru (3.2.4) og 2 ml af Schiff-hvarfefni (3.2.5). Hvarfefnið verður að vera algjörlega litlaust þegar það er notað.  
Hrist og látið standa í fimm mínútur.
- 3.3.3. Ef bleikur eða ljósfjólublár litur kemur í ljós innan fimm mínútna inniheldur lausnin meira en 0,01% af formaldehýði og óbundið og bundið formaldehýð er ákvarðað samkvæmt 4. lið eða, ef nauðsyn krefur samkvæmt 5. lið.
4. ALMENN ÁKVÖRÐUN MEÐ PENTAN-2,4-DÍÓN LITMÆLINGU
- 4.1. **Meginregla**  
Formaldehýð hvarfast við pentan-2,4-díón ef ammóníumasetat er til staðar og myndar 3,5-díasetýl-1,4-díhýdrólútídín. Efnasamband þetta er dregið út með bútan-1-óli og ísog útdráttarinn mælt við 410 nm bylgjulengd.

- 4.2. **Hvarfefni**  
Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og vatnið skal vera afjónað.
- 4.2.1. Vatnsfrítt ammóníumasetat;  
4.2.2. Óblönduð ediksýra,  $d_4^{20} = 1,05$ ;  
4.2.3. Pentan-2,4-díón, nýeimað við lækkaðan þrýsting 25 mm Hg 25°C—einskis ísogs ætti að verða vart við 410 nm bylgjulengd;  
4.2.4. Bútan-1-ól;  
4.2.5. Saltsýra, 1 M;  
4.2.6. Saltsýra, um það bil 0,1 M;  
4.2.7. Natríumhýdroxíð, 1 M;  
4.2.8. Nýlega tilreidd sterkjulausn samkvæmt evrópsku lyfjaskránni (1 g/50 ml vatns), 2. útgáfa 1980, I-VII-1-1;  
4.2.9. Formaldehýð, 37 – 40%;  
4.2.10. Stöðluð joðlausn, 0,05 M;  
4.2.11. Stöðluð natríumþíósúlfatlausn, 0,1 M;  
4.2.12. *Pentan-2,4-díón-hvarfefni:*  
Í 1 000 ml mælikolbu eru leyst upp:  
— 150 g af ammóníumasetati (4.2.1),  
— 2 ml af pentan-2,4-díóni (4.2.3),  
— 3 ml af ediksýru (4.2.2).
- Fyllt er að 1 000 ml marki með vatni (pH-gildi lausnarinnar: um 6,4).  
Hvarfefnið verður að vera nýlagð;
- 4.2.13. Hvarfefni (4.2.12) án pentan-2,4-díóns;  
4.2.14. *Formaldehýðstaðall: stofnlausn*  
5 g af formaldehýði (4.2.9) er hellt í 1 000 ml mælikolbu og fyllt að 1 000 ml markinu með vatni.  
Styrkur lausnarinnar er ákvarðaður á eftirfarandi hátt:  
10,00 ml eru teknir; 25,00 ml af staðlaðri joðlausn (4.2.10) og 10,00 ml af natríumhýdroxíðlausn (4.2.7) er bætt út í.  
Lausnin er látin standa í fimm mínútur.  
Lausnin er sýrð með 11,00 ml af HCL (4.2.5) og umframmagn joðs títrað með staðlaðri natríumþíósúlfatlausn (4.2.11), með því að nota sterkjulausn (4.2.8) sem litvísi.  
1 ml af 0,05 M joði (4.2.10) sem notað er samsvarar 1,5 mg af formaldehýði;
- 4.2.15. *Formaldehýðstaðall: þynnt lausn*  
Stofnlausn formaldehýðs er þynnt með vatni, fyrst 1/20 og síðan 1/100.  
1 ml af þessari lausn inniheldur um 1 µg af formaldehýði.  
Magnið er reiknað út nákvæmlega.
- 4.3. **Búnaður**  
4.3.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu;  
4.3.2. Fasaskiljunarsía, Whatman 1 PS (eða sambærileg sía);  
4.3.3. Miðflóttaflsskilja;  
4.3.4. Vatnsbað, 60°C;  
4.3.5. Litrófsmælir;  
4.3.6. 1 cm glerkúvettur.
- 4.4. **Vinnuaðferð**  
4.4.1. *Sýnislausn*  
Vegið er með 0,001 g nákvæmni það magn (í grömmum) rannsóknarsýnisins sem samsvarar áætluðu magni formaldehýðs, um 150 µg, og sett í 100 ml mælikolbu.  
Fyllt er að 100 ml markinu með vatni og blandað saman (lausn S).  
(Gengið er úr skugga um að pH-gildi lausnarinnar sé nálægt 6; ef ekki er lausnin þynnt með saltsýru (4.2.6).)

Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:

- 10,00 ml af lausn S,
- 5,00 ml af pentan-2,4-díón-hvarfefni (4.2.12).
- afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.

#### 4.4.2. Tilvísunarlausn

Þessi tilvísunarlausn er notuð til að útiloka mögulega truflun sem stafar af bakgrunnslitum í rannsóknarsýninu.

Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:

- 10,00 ml af lausn S,
- 5,00 ml af hvarfefni (4.2.13),
- afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.

#### 4.4.3. Núllpróf

Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:

- 5,0 ml af pentan-2,4-díón-hvarfefni (4.2.12),
- afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.

#### 4.4.4. Ákvörðun

4.4.4.1. Blöndurnar samkvæmt 4.4.1, 4.4.2 og 4.4.3 eru hristar. Erlenmeyer-kolburnar eru settar í 60°C heitt vatnsbað í nákvæmlega 10 mínútur. Kolburnar eru síðan kældar í tvær mínútur í ísvatni.

4.4.4.2. Blöndurnar eru færðar yfir í 50 ml skiltrektir sem hver um sig inniheldur 10 ml af bútan-1-óli (4.2.4). Hver kolba er skoluð með 3 – 5 ml af vatni. Blandan er hrist vandlega í nákvæmlega 30 sekúndur. Fasarnir eru síðan látnir skiljast.

4.4.4.3. Bútan-1-ól fasinn er síaður í gegnum fasaskiljunarsíu niður í kúvettunarnar (4.3.2). Einnig er hægt að nota miðflótttaafslsskilju (3 000 g<sub>n</sub> í fimm mínútur).

4.4.4.4. Ísog A<sub>1</sub> útdráttis sýnislausnarinnar í 4.4.1 er mælt við 410 nm bylgjulengd gagnvart útdrætti tilvísunarlausnarinnar í 4.4.2.

4.4.4.5. Á sama hátt er ísog A<sub>2</sub> útdráttis núlllausnarinnar í 4.4.3. mælt gagnvart bútan-1-óli.

*Athugasemd:* Framkvæma verður allar þessar aðgerðir innan 25 mínútna frá því augnabliki sem Erlenmeyer-kolburnar eru settar í 60°C heitt vatnsbað.

#### 4.4.5. Kvörðunarferill

4.4.5.1. Í 50 ml Erlenmeyer-kolbu eru settir:

- 5,00 ml af þynntu staðallausninni í 4.2.15,
- 5,00 ml af pentan-2,4-díón-hvarfefninu (4.2.12),
- afjónað vatn að 30 ml heildarrúmmáli.

4.4.5.2. Haldið er áfram eins og lýst er í 4.4.4 og ísogið mælt gagnvart bútan-1-óli (4.2.4).

4.4.5.3. Aðferðin er endurtekin með 10, 15, 20 og 25 ml af þynntu staðallausninni (4.2.15).

4.4.5.4. Til þess að fá fram núllgildið (sem samsvarar lit hvarfefnanna) er farið að eins og lýst er í 4.4.4.5.

4.4.5.5. Teiknaður er kvörðunarferill eftir að núllgildið hefur verið dregið frá hverju ísogi í 4.4.5.1. og 4.4.5.3. Beers-lögmálið gildir upp að 30 µg af formaldehyði.

#### 4.5. Útreikningar

4.5.1. A<sub>2</sub> er dregið frá A<sub>1</sub> og formaldehyðmagn sýnislausnarinnar (4.4.1.), sem táknað er með C, er lesið af kvörðunarferlinum (4.4.5.5) í µg.

4.5.2. Formaldehyðmagn sýnisins (% m/m) er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

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

þar sem:

m = massi prófsýnisins í grömmum.

**4.6. Tvímælingagildi <sup>(1)</sup>**

Ef formaldehýðmagn er 0,2% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,005% fyrir ákvörðun með pentan-2,4-díón litmælingu.

Ef ákvörðun óbundins formaldehýðs gefur niðurstöðu sem er hærri en leyfilegur hámarksstyrkur í tilskipun 76/768/EEB, þ.e.:

- a) á bilinu 0,05% til 0,2% í ómerktri vöru;
- b) meira en 0,2% í vörunni, merktri eða ekki skal beita aðferðinni sem lýst er í 5. lið hér að aftan.

**5. ÁKVÖRÐUN EF FORMALDEHÝÐGJAFAR ERU TIL STAÐAR****5.1. Meginregla**

Óbundna formaldehýðinu er umbreytt í gula lútídnafleiðu með hvarfi við pentan-2,4-díón í eftir-súlu hvarfrými (post-column reactor) og afleiðan sem fæst greind með ísogi við 420 nm bylgjulengd.

**5.2. Hvarfefni**

Öll hvarfefni verða að standast kröfur um greiningarhreinleika og vatnið skal vera afjónað.

- 5.2.1. Vatn af HPLC-hreinleika (háþrýstivöskviljun) eða af sambærilegum gæðum;
- 5.2.2. Vatnsfrítt ammóníumasetat;
- 5.2.3. Óblönduð ediksýra;
- 5.2.4. Pentan-2,4-díón (geymt við 4 °C);
- 5.2.5. Vatnsfrítt dínatríumfosfat;
- 5.2.6. Ortófosfórsýra, 85% (d = 1,7);
- 5.2.7. Metanól af HPLC-hreinleika;
- 5.2.8. Díklórmetan;
- 5.2.9. Formaldehýð, 37 – 40%;
- 5.2.10. Natríumhýdroxíð, 1 M;
- 5.2.11. Saltsýra, 1 M;
- 5.2.12. Saltsýra, 0,002 M;
- 5.2.13. Nýlögguð sterkjulausn samkvæmt evrópsku lyfjaskránni (sjá 4.2.8);
- 5.2.14. Stöðluð joðlausn, 0,05 M;
- 5.2.15. Stöðluð natríumþíósúlfatlausn, 0,1 M;
- 5.2.16. *Ferðafasi:*  
Vatnslausn dínatríumfosfats (5.2.5), 0,006 M, pH stillt á 2,1 með ortófosfórsýru (5.2.6);

**5.2.17. Eftir-súlu hvarfefni:**

Í 1 000 ml mælikolbu eru leyst:

- 62,5 g af ammóníumasetati (5.2.2),
- 7,5 ml af ediksýru (5.2.3),
- 5 ml af pentan-2,4-díóni (5.2.4).

Fyllt er að 1 000 ml markinu með vatni (5.2.1).

Hvarfefnið er geymt á dímum stað.

Geymslutími: hámark þrjú dagar við 25 °C.

Engar litabreytingar ættu að sjást.

**5.2.18. Formaldehýðstaðall: stofnlausn**

10 g af formaldehýði (5.2.9) er hellt í 1 000 ml mælikolbu og fyllt að 1 000 ml markinu með vatni.

Styrkur lausnarinnar er ákvarðaður á eftirfarandi hátt:

5,00 ml eru teknir; 25,00 ml af staðlaðri joðlausn (5.2.14) og 10,00 ml af natríumhýdroxíðlausn (5.2.10) er bætt út í.

Lausnin er látin standa í fimm mínútur.

Lausnin er sýrð með 11,00 ml af 1 M saltsýru (5.2.11) og umframmagn stöðluðu joðlausnarinnar títrað með staðlaðri natríumþíósúlfatlausn (5.2.15), með því að nota sterkjulausn (5.2.13) sem litvísi.

1 ml af joðlausn (5.2.14) sem notuð er samsvarar 1,5 mg af formaldehýði;

<sup>(1)</sup> ISO-staðall 5725.

- 5.2.19. *Formaldehýðstaðall: þynnt lausn*  
Stofnlausnin er þynnt í 1/100 af upprunalegum styrkleika með ferðafasanum (5.2.16).  
1 ml af þessari lausn inniheldur um 37 mg af formaldehýði.  
Magnið er reiknað út nákvæmlega.
- 5.3. **Búnaður**
- 5.3.1. Venjulegur búnaður rannsóknarstofu;
- 5.3.2. HPLC-dæla, dempuð;
- 5.3.3. Lágþrýstidæla, dempuð fyrir hvarfefnið (eða önnur HPLC-dæla);
- 5.3.4. Sprautuloki með 10  $\mu$ l lykkju;
- 5.3.5. Eftir-súlu hvarfrými, ásamt eftirfarandi hlutum:  
+ einni 1 lítra þriggja hálsa kolbu,  
+ einum 1 lítra kolbuhítara,  
+ tveimur *Vigreux*-súlum með að minnsta kosti 10 plötum, tveimur loftkældum  
+ ryðfríri stálpípu (fyrir hitaskipti) 1,6 mm — innra þvermál 0,23 mm, lengd = 400 mm,  
+ Teflonslöngu 1,6 mm — innra þvermál 0,30 mm, lengd 5 m („franskt þrjón“, sjá 1. viðbæti),  
+ einu T-laga stykki án dauðarúmmáls (*Valco* eða sambærilegt),  
+ þremur *Union*-tengjum án dauðarúmmáls,  
*eða*: eftir-súlu eining af gerðinni *APPLIED BIOSYSTEMS PCRS 520* eða sambærileg eining með 1 ml hvarfrými;
- 5.3.6. Himnusía, grop 0,45  $\mu$ m;
- 5.3.7. *SEP-PAK<sup>®</sup> C<sub>18</sub>* hreinsisúla eða sambærileg súla;
- 5.3.8. *Súlur tilbúnar til notkunar*:  
— *Bischoff hypersil RP 18* (gerð NC tilvísunarnúmer C 25.46 1805)  
(5  $\mu$ m, lengd = 250 mm, innra þvermál = 4,6 mm),  
— eða *Dupont, Zorbax ODS*  
(5  $\mu$ m, lengd = 250 mm, innra þvermál = 4,6 mm),  
— eða *Phase SEP, spherisorb ODS 2*  
(5  $\mu$ m, lengd = 250 mm, innra þvermál = 4,6 mm),
- 5.3.9. *Forsúla*  
*Bischoff K<sub>1</sub> hypersil RP 18* (tilvísunarnúmer K1 g 6301 1805)  
(5  $\mu$ m, lengd = 10 mm, eða sambærileg súla).
- 5.3.10. Súlan og forsúlan eru tengdar með „Ecotube-kerfi“ (tilvísunarnúmer A 15020508 *Bischoff*) eða sambærilegu kerfi.
- 5.3.11. Búnaðurinn (5.3.5.) er settur saman eins og sýnt er á skýringarteikningunni í 2. viðbæti.  
Tengin sem koma fyrir aftan sprautulokann verða að vera eins stutt og mögulegt er. Ryðfríu stálpípunni á milli frárennslis hvarfrýmisins og inntaks nemans er ætlað að kæla blönduna fyrir greiningu. Hitinn í nemanum er óþekktur en stöðugur.
- 5.3.12. Nemi fyrir útfjólubláa (UV), sjáanlega geisla;
- 5.3.13. Skrifari;
- 5.3.14. Miðflöttaafllskilja;
- 5.3.15. Úthljóðsbað;
- 5.3.16. Sveiflupinni (*Vortex* eða sambærilegur pinni).
- 5.4. **Vinnuaðferð**
- 5.4.1. *Kvörðunarferill*

Ferillinn er búinn til með því að teikna hæð toppanna sem fall af styrk þynnta formaldehýðstaðalsins. Staðallausnirnar eru tilreiddar með því að þynna tilvísunarlausn formaldehýðsins (5.2.19) með ferðafasanum (5.2.16):

- 1,00 ml af lausn (5.2.19) er þynnt upp að 20,00 ml markinu (um 185  $\mu$ g/100 ml)
- 2,00 ml af lausn (5.2.19) er þynnt upp að 20,00 ml markinu (um 370  $\mu$ g/100 ml)
- 5,00 ml af lausn (5.2.19) er þynnt upp að 25,00 ml markinu (um 740  $\mu$ g/100 ml)
- 5,00 ml af lausn (5.2.19) er þynnt upp að 20,00 ml markinu (um 925  $\mu$ g/100 ml)

Staðallausnirnar eru geymdar í eina klukkustund við rannsóknarstofuhita og skulu vera nýlagðar.

Æskilegt er að kvörðunarferillinn sé línulegur fyrir styrk á bilinu 1,00 – 15,00  $\mu$ g/ml.

5.4.2. *Undirbúningur sýnanna*

## 5.4.2.1. Fleyti (krem, grunnfarði, augnblyántur)

Vegið er með 0,001 g nákvæmni það magn rannsóknarsýnisins (m grömm), sem samsvarar áætluðu magni formaldehýðs, um 100  $\mu\text{g}$ , og sett í 100 ml kolbu með tappa. Nákvæmlega 20,00 ml af díklórmetani (5.2.8) og 20,00 ml af saltsýru (5.2.12) er bætt út í. Innihaldinu er blandað saman með sveiflupinna (5.3.16) í úthljóðsbaði (5.3.15). Fasarnir tveir eru aðskildir með miðflóttaafllskiljun (3 000 g<sup>n</sup> í tvær mínútur). Á meðan er hreinsisúlan (5.3.7) þvegin með 2 ml af metanóli (5.2.7) og síðan undirbúin með 5 ml af vatni (5.2.1).

4 ml af vatnsfasa útdráttisins eru látnir renna í gegnum undirbúnu hreinsisúlu, 2 efstu ml er hent og síðan er þeim hluta sem eftir er safnað saman.

## 5.4.2.2. Hársnyrtivökvar, hárpvottalegir

Vegið er með 0,001 g nákvæmni það magn rannsóknarsýnisins (m grömm) sem samsvarar áætluðu magni formaldehýðs, um 500  $\mu\text{g}$ , og sett í 100 ml kolbu með tappa.

Fyllt er að 100 ml markinu með ferðafasanum (5.2.16).

Lausnin er síuð í gegnum síu (5.3.6) og sprautað eða látin renna í gegnum hreinsisúlu (5.3.7) sem undirbúin hefur verið á sama hátt og áður (5.4.2.1). Sprauta skal öllum lausunum þegar í stað eftir tilreiðslu.

5.4.3. *Aðstæður við vökvaskiljun*

— flæði ferðafasans: 1 ml/mín,

— flæði hvarfefnisins: 0,5 ml/mín,

— heildarflæði við frárennsli nemans: 1,5 ml/mín,

— rúmmál lausnar sem sprautað er inn: 10  $\mu\text{l}$ ,

— hiti við skiljun: ef aðskilnaður reynist erfiður er súlunni dýft í ísbað: beðið er eftir að hitinn verði stöðugur

— hitinn í eftir-súlu hvarfrýminu: 100° C,

— greining: 420 nm bylgjulengd.

*Athugasemd:* skola skal allt vökvaskiljunarkerfið og eftir-súlu eininguna með vatni (5.2.1.) eftir notkun. Ef kerfið stendur ónotað lengur en tvo daga skal einnig skola búnaðinn upp úr metanóli (5.2.7). Áður en kerfið er undirbúið aftur er vatn látið renna í gegnum það til að koma í veg fyrir að kristallar myndist á ný.

5.5. **Útreikningar**

Fleyti (5.4.2.1):

Formaldehýðmagn í % (m/m):

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

Hársnyrtivökvar, hárpvottalegir:

Í þessu tilviki verður formúlan:

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

þar sem:

m = massi sýnisins sem greint er í grömmum (5.4.2.1.),

C = styrkur formaldehýðs í  $\mu\text{g}/100 \text{ ml}$  sem lesinn er af kvörðunarferlinum (5.4.1.)

5.6. **Tvímælingagildi** <sup>(1)</sup>

Ef formaldehýðmagn er 0,05% má munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,001%.

Ef formaldehýðmagn er 0,2% má munur á niðurstöðu tveggja ákvarðana sem eru gerðar á hliðstæðan hátt á sama sýninu ekki vera meiri en sem nemur raungildinu 0,005%.

<sup>(1)</sup> ISO-staðall 5725.

## 1. viðbætur

## FYRIRMÆLI UM „FRANSKT PRJÓN“ („FRENCH KNITTING“)

## HJÁLPARBÚNAÐUR

- Eitt viðarkefli:
  - 5 cm að ytra þvermáli með opi sem er 1,5 cm að þvermáli (miðjulína). Fjórum nöglum er raðað kringum opið (eins og sýnt er á skýringarmyndum 1 og 2). Fjarlægðin milli tveggja nagla verður að vera 1,8 cm og þeir verða að vera 0,5 cm frá opinu,
- ein stíf nál (í laginu eins og heklunál) til að gera lykkju á teflonslönguna,
- 5 m af 1,6 mm teflonslöngu, innra þvermál 0,3 mm.

## VINNUAÐFERÐ

Byrjað er á „frönsku prjóni“, með því þræða teflonslönguna frá efsta hluta keflisins til neðsta hluta þess í gegnum miðopið (10 cm eru látnir hanga niður úr keflinu sem gerir kleift að draga keðjuna í gegn á meðan prjónað er); síðan er slöngunni vafið utan um naglana fjóra, hvern á fætur öðrum, eins og sýnt er á skýringarmynd 3.

Báðir endar „franska prjónsins“ eru varðir með málmhringjum og skrúfuðum þrýstittöppum; varast ber að kremja teflonslönguna þegar tekið er fast í. Slöngunni er vafið utan um hvern nagla í annað skiptið og „sporin“ gerð á eftirfarandi hátt:

- neðri slangan er sett upp fyrir efri slönguna með „heklunálinni“ (sjá skýringarmynd 4). Aðgerð þessi er endurtekin við hvern nagla eftir röðinni (1, 2, 3, 4, rangsælis), þangað til búið er að nota 5 m af slöngunni eða þá lengd sem óskað er eftir.

Skildir eru eftir 10 cm af slöngunni til að ljúka verkinu. Slangan er þrædd í gegnum lykkjurnar fjórar og tekið laust í til að loka fyrir.

*Athugasemd:* Hægt er að kaupa verksmiðjuframlétt „franskt prjón“ fyrir eftir-súlu hvarfrými (*Supelco*).

Skýringarteikning fyrir keflið

Skýringarmynd 1

Skýringarmynd 3

Fyrsta umferð

Skýringarmynd 4

Önnur umferð

Til að búa til „spor“ er neðri slangan  
(óbrotin lína) sett upp fyrir efri slönguna  
(brotin lína)

Skýringarmynd 2

Skýringarmynd 5

## 2. viðbætur

- 1 = HPLC-dæla
- 2 = Sprautuloki
- 3 = Súla með forsúlu
- 4 = Hvarfefnadæla
- 5 = T-laga stykki án dauðarúmmáls
- 5' = T-laga stykki (*Vortex*)
- 6-6' = Tengi án dauðarúmmáls
- 7 = „Franskt þrjón“
- 7 = Hvarfrými
- 8 = Þriggja hálsa kolba með sjóðandi vatni
- 9 = Kolbuhitari
- 10 = Kælivökvi
- 11 = Hitaskiptipípa úr ryðfríu stáli
- 11' = Hitaskiptir
- 12 = Nemi fyrir útfjólubláa (UV), sjáanlega geisla
- 13 = Eftir-súlu eining, PCRS 520

5.3.5.

5.3.6.

Leysiefni

Hvarfefni“  

---