

RICHTLINIE DES RATES

vom 22. November 1973

zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über die Methoden zur Kontrolle der biologischen Abbaubarkeit anionischer grenzflächenaktiver Substanzen

(73/405/EWG)

DER RAT DER EUROPÄISCHEN
GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft, insbesondere auf Artikel 100,

gestützt auf die Richtlinie des Rates vom 22. November 1973 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Detergentien⁽¹⁾, insbesondere auf Artikel 4,

auf Vorschlag der Kommission,

nach Stellungnahme des Europäischen Parlaments⁽²⁾,

nach Stellungnahme des Wirtschafts- und Sozialausschusses⁽³⁾,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Damit die Mitgliedstaaten die biologische Abbaubarkeit der anionischen grenzflächenaktiven Substanzen messen können, empfiehlt es sich, auf die in einigen Mitgliedstaaten zu diesem Zweck bereits angewandten Kontrollmethoden Bezug zu nehmen. In Streitfällen muß die Kontrolle der biologischen Abbaubarkeit hingegen nach einer gemeinsamen Referenzmethode durchgeführt werden.

Wie in Artikel 4 der Richtlinie vom 22. November 1973 vorgesehen, sollten geeignete Toleranzen für die Messung der biologischen Abbaubarkeit vorgesehen werden, um sich gegen die Unsicherheit der Kontrollmethoden, die zu Ablehnungsbescheiden mit erheblichen wirtschaftlichen Konsequenzen führen können, abzusichern. Ein Ablehnungsbescheid darf also nur ergehen, wenn eine Analyse ergibt, daß die biologische Abbaubarkeit unter 80 % liegt —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

Diese Richtlinie betrifft die Methoden zur Kontrolle der biologischen Abbaubarkeit anionischer grenzflächenaktiver Substanzen.

Artikel 2

Gemäß Artikel 4 der Richtlinie vom 22. November 1973 untersagen die Mitgliedstaaten in Anbetracht der Unsicherheit der Kontrollmethoden das Inverkehrbringen und die Verwendung derjenigen Detergentien in ihrem Hoheitsgebiet, bei denen die Messung der biologischen Abbaubarkeit einen Satz von weniger als 80 % ergibt. Diese Messung wird durch eine einzige Analyse nach einem der folgenden Verfahren durchgeführt:

- in Frankreich geltende Methode, genehmigt durch den Erlaß vom 11. Dezember 1970, der im *Journal Officiel de la République Française* Nr. 3 vom 5. Januar 1971 veröffentlicht worden ist, und Experimentalnorm T 73-260, Februar 1971, herausgegeben von der Association Française de Normalisation (AFNOR);
- in der Bundesrepublik Deutschland geltende Methode, festgelegt durch die Verordnung über die Abbaubarkeit von Detergentien in Wasch- und Reinigungsmitteln vom 1. Dezember 1962, die im Bundesgesetzblatt 1962, Teil I, S. 698, veröffentlicht worden ist;
- OECD-Methode, veröffentlicht im technischen Bericht der OECD vom 29. Dezember 1970 über die Bestimmung der biologischen Abbaubarkeit synthetischer anionischer grenzflächenaktiver Substanzen.

Artikel 3

Im Rahmen des Verfahrens des Artikels 5 Absatz 2 der Richtlinie vom 22. November 1973 wird das Gutachten des Laboratoriums bei anionischen grenzflächenaktiven Substanzen nach der im Anhang dieser

⁽¹⁾ Siehe Seite 51 dieses Amtsblatts.

⁽²⁾ ABl. Nr. C 10 vom 5. 2. 1972, S. 29.

⁽³⁾ ABl. Nr. C 89 vom 23. 8. 1972, S. 13.

Richtlinie beschriebenen Referenzmethode erstellt, die dem „Bestätigungstest“ der OECD-Methode entspricht.

Artikel 4

(1) Die Mitgliedstaaten setzen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften in Kraft, um dieser Richtlinie binnen achtzehn Monaten nach ihrer Bekanntgabe nachzukommen, und setzen die Kommission hiervon unverzüglich in Kenntnis.

(2) Die Mitgliedstaaten tragen dafür Sorge, daß der Kommission der Wortlaut der wichtigsten innerstaat-

lichen Rechtsvorschriften übermittelt wird, die sie auf dem unter diese Richtlinie fallenden Gebiet erlassen.

Artikel 5

Diese Richtlinie ist an die Mitgliedstaaten gerichtet.

Geschehen zu Brüssel am 22. November 1973.

Im Namen des Rates

Der Präsident

J. KAMPMANN

ANHANG

BESTIMMUNG DER BIOLOGISCHEN ABBAUBARKEIT
ANIONISCHER GRENZFLÄCHENAKTIVER SUBSTANZEN

REFERENZMETHODEN

KAPITEL 1

1.1. Erforderliche Ausrüstung

Das Meßverfahren stützt sich auf die Verwendung einer Belebtschlammanlage, die in Abbildung 1 schematisch und in Abbildung 2 ausführlicher dargestellt ist.

Die Ausrüstung besteht aus einem Vorratsgefäß A für die synthetischen Abwässer, einer Dosierpumpe B, einem Belüftungsgefäß C, einem Absetzgefäß D, einer Druckluftpumpe E für den Belebtschlammrücklauf und einem Sammelgefäß F für das ablaufende behandelte Abwasser.

Die Gefäße A und F müssen aus Glas oder durchsichtigem, geeignetem Kunststoff bestehen und mindestens 24 Liter fassen. Die Pumpe B muß einen gleichmäßigen Zufluß des synthetischen Abwassers zum Belüftungsgefäß gewährleisten. Im normalen Betrieb muß dieses Gefäß 3 Liter Gemisch fassen können. Ein Glassinterfilter G zur Belüftung ist im Gefäß C in der Spitze des konisch geformten Gefäßbodens aufgehängt. Die durch das Sinterfilter eingeblasene Luftmenge muß mit einem Mengenmeßgerät H gemessen werden.

1.2. Synthetisches Abwasser

Zur Durchführung des Tests ist ein synthetisches Abwasser zu verwenden, das durch Herstellung von 24 Litern (Tagesmenge) einer Lösung gewonnen wird, die je Liter Trinkwasser folgende Bestandteile enthält:

- 160 mg Pepton,
- 110 mg Fleischextrakt,
- 30 mg Harnstoff,
- 7 mg Kochsalz,
- 4 mg Calciumchlorid, 2 H₂O,
- 2 mg Magnesiumsulfat, 7 H₂O,
- 20 ± 2 mg methylenblauaktive Substanz (MBAS).

Man extrahiert die MBAS aus dem zu prüfenden Produkt mit Hilfe der in Kapitel 2 (2.1.2) angegebenen Methode. Das synthetische Abwasser wird täglich hergestellt.

1.3. Herstellung der Analysenproben

1.3.1. Die Ausgangsstoffe die nur MBAS enthalten, können unverändert getestet werden. Der Gehalt an MBAS muß zur Herstellung der Versuchslösung (M) bestimmt werden.

1.3.2. Bei zusammengesetzten Reinigungsmitteln wird der Gehalt an MBAS und an Seife ermittelt. Es wird eine alkoholische Extraktion unter folgenden Bedingungen vorgenommen:

1.3.2.1. Extraktion mit Isopropanol, wenn der Gehalt an Seife niedriger ist als der Gehalt an MBAS (siehe Kapitel 2)

1.3.2.2. Extraktion mit Isopropanol und Beseitigung der Seife, wenn die Probe mehr Seife als MBAS enthält (siehe Kapitel 2).

Die Extrakte werden getrocknet und ihr Gehalt an MBAS zur Herstellung der Lösungen (M) ermittelt.

1.4. Betrieb der Meßanordnung

Vor Beginn der Prüfung sind das Belüftungsgefäß C und das Absetzgefäß D mit synthetischem Abwasser zu füllen. Das Absetzgefäß D ist so hoch zu befestigen, daß das Belüftungsgefäß C drei Liter aufnimmt. Dann sind die Luftzufuhr, die Druckluftpumpe E und die Dosiereinrichtung B einzuschalten. Der Zulauf des synthetischen Abwassers in das Belüftungsgefäß C muß 1 Liter je Stunde betragen, was einer Retentionszeit von etwa 3 Stunden entspricht.

Die Luftzufuhr ist so einzustellen, daß der Inhalt des Belüftungsgefäßes C ständig in Suspension verbleibt und ein Mindestgehalt an gelöstem Sauerstoff von 2 mg je Liter aufrechterhalten wird. Schaumbildung ist durch geeignete Mittel zu verhindern; jedoch dürfen keine Entschäumer verwendet werden, die eine hemmende Wirkung auf den Belebtschlamm ausüben oder MBAS enthalten. Die Pumpe E muß so eingestellt sein, daß stets ein gleichmäßiger Rücklauf von Belebtschlamm aus dem Absetzgefäß D zum Belüftungsgefäß C erfolgt; der im oberen Teil des Belüftungsgefäßes C, am Boden des Absetzgefäßes D oder in der Rücklaufleitung sich ansammelnde Schlamm muß mindestens einmal täglich durch Bürsten oder durch andere geeignete Mittel in Umlauf gesetzt werden. Setzt sich kein Schlamm ab, so kann die Dichte durch erforderlichenfalls wiederholte Zugabe einer 5%igen Eisenchloridlösung in Portionen von 2 ml erhöht werden.

Das aus dem Absetzgefäß D abfließende Wasser ist in dem Sammelgefäß F während 24 Stunden aufzufangen; nach Ablauf dieser Zeit ist nach gründlichem Durchmischen eine Probe zu entnehmen. Das Sammelgefäß F ist gründlich zu reinigen.

1.5. Überwachung der Meßanordnung

Der Gehalt des synthetischen Abwassers an MBAS in mg/l wird unmittelbar vor dem Gebrauch titriert.

Der Gehalt des in Sammelgefäß F während 24 Stunden aufgefangenen Wassers an MBAS in mg/l ist analytisch nach der gleichen Methode möglichst unmittelbar nach der Entnahme zu bestimmen. Die Konzentration ist auf 0,1 mg MBAS/l genau zu bestimmen.

Zur Überwachung des einwandfreien Betriebs der Meßanordnung ist zweimal wöchentlich der COD des synthetischen Abwassers im Vorratsgefäß A und des im Sammelgefäß F aufgefangenen Wassers zu bestimmen, und zwar nach erfolgter Filtration. Die Verringerung der COD wird in % ausgedrückt.

Nach Erreichen eines etwa gleichbleibenden Abbaus der MBAS je Tag, d.h. nach Ende der Einarbeitungszeit gemäß Abbildung 3, muß die Verringerung des COD Stetigkeit aufweisen.

Der Anteil an Belebtschlammrockensubstanz in g/l im Belüftungsgefäß C ist zweimal wöchentlich zu ermitteln. Ist er größer als 2,5 g/l, so ist der Überschuß an Belebtschlamm zu entfernen.

Der Test wird bei Raumtemperatur durchgeführt; die Temperatur muß gleichmäßig sein und darf weder unter 18 °C fallen noch 30 °C übersteigen.

1.6. Berechnung der Abbaubarkeit

Der Abbau der MBAS in % ist täglich aus dem Gehalt an MBAS in mg/l des synthetischen Abwassers und des im Sammelgefäß F aufgefangenen Wassers zu errechnen.

Die errechneten Abbauwerte sind entsprechend Abbildung 3 (Anmerkung 1.7.2) graphisch darzustellen.

Die Abbaubarkeit ist zu errechnen als das arithmetische Mittel aus den Abbauwerten, die sich nach dem Ende der Einarbeitungszeit an 21 aufeinanderfolgenden Tagen mit etwa gleichbleibenden Abbauwerten und störungsfreiem Betrieb der Meßanordnung ergeben. In keinem Fall darf die Einarbeitungszeit sechs Wochen überschreiten.

1.7. Anmerkungen

1.7.1. In manchen Rechtsvorschriften wird der Seifengehalt in die Berechnung der biologischen Abbaubarkeit einbezogen.

1.7.2. In gewissen Fällen kann die Häufigkeit der Entnahmen auf eine Analysenprobe alle 2 oder 3 Tage verringert werden. Zur Berechnung des Mittelwerts werden jedoch die Ergebnisse von mindestens 14 täglichen Entnahmen zugrunde gelegt, die über den in Absatz 1.6 erwähnten Zeitraum von 21 Tagen verteilt werden.

KAPITEL 2

VORBEHANDLUNG DES ANALYSENATERIALS

2.1. Alkoholische Extraktion

Zweck der Extraktion ist die Entfernung unlöslicher und anorganischer Bestandteile der Proben, die den biologischen Test gegebenenfalls stören können.

Es ist weder eine restlose Beseitigung dieser Bestandteile notwendig noch eine restlose Extraktion der zu extrahierenden Wirkstoffe. Es ist jedoch darauf zu achten, daß im Extrakt wenigstens 90% der MBAS vorhanden sind.

Für die Extraktion können zwei Methoden verwendet werden, nämlich mit Äthanol oder mit Isopropanol. Die Isopropanol-Methode eignet sich besonders für die Extraktion größerer Mengen, wie sie für den Bestätigungstest benötigt werden.

2.1.1. Extraktion mit Äthanol

2.1.1.1. Vorbereitung der Probe

(i) Pulverförmige Produkte

Es wird eine repräsentative Probe von etwa 250 g vorbereitet, und zwar entweder durch Aufkegeln und Vierteln oder nach der Methode der ISO-Empfehlung Nr. 607.

Die Probe wird in eine Messermühle nach Art der Haushaltgeräte gegeben und so zerkleinert, daß die Korngröße des erhaltenen Pulvers nicht größer ist als 200 Micron.

Das Pulver wird gründlich gemischt und aufbewahrt.

(ii) Flüssige Produkte

Man wägt 40 g des zuvor homogenisierten Mittels auf 0,1 g genau und gibt sie in den unter 2.1.1.2 (iii) erwähnten Kolben.

50 ml Äthanol zugeben (2.1.1.2) (ii) und im Wasserbad bis zur Trockne eindampfen, wobei die Dämpfe mit schwachem Unterdruck abgesaugt werden, bis die Ergebnisse zweier aufeinanderfolgender Wägungen um nicht mehr als 0,1 g abweichen. Die Einwaagen können mit jeder Präzisionswaage, deren Genauigkeit 0,01 g beträgt, vorgenommen werden.

2.1.1.2. Herstellung der Äthanol-Stammlösung

(i) Prinzip:

Äthanolextrakt einer ausreichenden Menge des Produkts zur Bestimmung der Seife und anderer anionaktiver Substanzen, sowie für die biologischen Versuche.

(ii) Reagenz:

Äthanol 95—96%

(iii) Apparatur:

Normales Laborgerät, insbesondere:

1-Liter-Rundkolben mit kurzem Hals, mit Schliffansatz CN 29/32, gerader Rückflußkühler 400 mm mit Schliffansatz CN 29/32, Glassinterfilter, Porosität 10—20 Micron,

Meßkolben 1 Liter

2.1.1.3. Analysengang

Man gibt 40 ± 1 g des Produkts (2.1.1.1) (i) in den 1-Liter-Kolben, oder man nimmt den Kolben mit dem hergestellten Trockenextrakt nach 2.1.1.1 (ii). Dabei ist E das Gewicht der Probe in Gramm.

500 ml Äthanol (2.1.1.2) (ii) zugeben, Kühler anschließen, dann 15 Minuten mit Rückflußkühlung kochen, die abgesetzte Schicht über Glassinterfilter mit schwachem Unterdruck und in der Wärme filtrieren. Wiederholung der Operation zweimal mit dem Rückstand des Kolbens, wobei jedesmal 200 ml Äthanol zugegeben werden. Die Extrakte und die Waschlösung werden quantitativ im Meßkolben vereinigt. Mit Äthanol auf 1 Liter auffüllen und homogenisieren.

2.1.2. Extraktion mit Isopropanol

Die erforderliche Menge wird aus dem Gehalt des Handelsprodukts MBAS so berechnet, daß man einen Extrakt von etwa 50 g erhält, der für zwei Tests ausreicht.

2.1.2.1. Apparatur

Je nach dem Umfang der hergestellten Lösung werden benötigt:

Gefäße von 3 bis 25 Liter Fassungsraum, beispielsweise Langhalskolben oder emaillierte Gefäße,

Flügel- oder Kugelrührer,

Büchner-Filtertrichter bis zu einem Durchmesser von 30 cm,

Saugflaschen bis 20 l Fassungsraum,

Absetzgefäße bis 20 l Fassungsraum,

Destillierkolben bis 10 l Fassungsraum,

Vorlagen bis 10 l Fassungsraum,

Porzellanschalen von etwa 20 cm Durchmesser,

Destillierkolonne, Kühler, Wasserbad.

2.1.2.2. Reagenzien

Destilliertes Wasser oder Wasser von gleicher Reinheit,

Isopropanol, rein,

Kaliumkarbonat (K_2CO_3), chemisch rein,

Kaliumhydroxid (KOH), 10%ige Lösung,

Natriumsulfit (Na_2SO_3), rein, wasserfrei.

2.1.2.3. Analysengang

(i) Vorbehandlung

Feste Produkte: in destilliertem Wasser auflösen (2.1.2.4) (i) und zur Zerstörung der Kornstruktur anteigen (10 Minuten schütteln). Für 100 g Wasser verwendet man 60 g Kaliumkarbonat und schüttelt bis zur völligen Auflösung (10 Minuten).

Flüssige oder pastenförmige Produkte: Grundsätzlich gleiche Vorbehandlung wie bei festen Produkten. Der im Wasserbad destillierbare flüssige Teil, der im Vorversuch mit 10 g Waschmittel bestimmt wird, ist als Wassergehalt anzusehen, auch wenn er noch flüchtige organische Lösungsmittel enthält. Die Probe ist im Verhältnis des gefundenen Wassergehalts mit Kaliumkarbonat zu versetzen.

Saure Produkte: Die Suspensionen bzw. wäßrigen Lösungen werden durch eine 10%ige Kaliumhydroxidlösung vor Zugabe des Kaliumkarbonats neutralisiert.

Produkte, die aktives Chlor enthalten: Das Chlor wird durch Zugabe von Natriumsulfit zur Suspension oder zur Lösung vor Neutralisierung zerstört. Ein etwaiger Überschuß ist bedeutungslos.

(ii) Extraktion

Danach wird das Isopropanol zugegeben und das Ganze 30 Minuten lang geschüttelt. Anschließend wird die Mischung unter Vakuum filtriert, der Rückstand mehrmals über Büchner-Trichter mit kleinen Mengen Isopropanol ausgewaschen. Das Filtrat, das sich auf jeden Fall in der Saugflasche in zwei Schichten trennen muß, wird in ein Dekantierglas gegeben. Mit Isopropanol nachspülen. Die untere, wäßrige Schicht abziehen und verwerfen. Die obere alkoholische Schicht über Faltenfilter filtrieren und in einen Destillierkolben geben. Das Isopropanol (2.1.2.4) (iii) im Wasserbad so vollständig wie möglich destillieren. Den Destillationsrückstand quantitativ in eine Porzellanschale geben und mit Isopropanol nachspülen. Den Inhalt der Schale im Wasserbad unter häufigem Schütteln einengen. Die Einengung ist beendet, wenn zwei mit einstündigem Zwischenraum durchgeführte Wägungen um weniger als 10 g voneinander abweichen. Der Extrakt wird in warmem Wasser aufgelöst. Der Gehalt an MBAS dieser Lösung wird bestimmt.

Zur Anwendung kommt folgende Formel:

$$\frac{\text{g MBAS in der Extraktlösung}}{\text{g MBAS in dem betreffenden Produkt}} \times 100 = \% \text{ MBAS-Gehalt der Extraktion}$$

2.1.2.4. Anmerkungen

Bei der Durchführung der Extraktion sind folgende Angaben zu berücksichtigen:

- (i) Wegen der Vielfalt der Wasch- und Reinigungsmittel ist es unmöglich, ein bestimmtes Verhältnis für die Mengen von Wasser zu Isopropanol für einen Versuch zahlenmäßig festzulegen. Erfahrungsgemäß ist bekannt, daß die erforderlichen Mengen in folgenden Proportionen schwanken:

Wasch- und Reinigungsmittel (Gewichtsmenge)	Wasser (Volumen)	Isopropanol (Volumen)
1	0,5—2	1—2,5

Grundsätzlich bestehen jedoch keine *oberen* Grenzen für die Wasser- und die Isopropanolmenge.

Je mehr sich die Masse in der Suspension zusammenballt, um so größer ist der Wasserbedarf. Es muß so viel Wasser zugegeben werden, bis jeder Bodensatz beim Schütteln verschwindet.

Die zweckmäßige Isopropanolmenge sollte nicht niedriger sein als folgender Proportion entspricht:

Wasch- und Reinigungsmittel/Isopropanol = 1/1

Größere Mengen Isopropanol sind erforderlich, wenn der Gehalt an MBAS der Handelsware 10% weit überschreitet oder wenn man beim Schütteln eine schnelle Trennung der beiden Phasen feststellt.

- (ii) Das Wasser muß mit Kaliumkarbonat gesättigt sein. Ein geringfügiger Überschuß des letzteren ist ohne Bedeutung. Ist die Konzentration an Kaliumkarbonat zu gering, so tritt entweder keine Trennung der Schichten ein oder aber die Isopropanolphase enthält zuviel Wasser, wodurch das Extraktionsvermögen herabgesetzt wird.
- (iii) Destilliertes Isopropanol enthält Wasser und soll mit Kaliumkarbonat gesättigt werden. Die sich trennende untere Schicht ist dann abzuziehen. Das übrige Isopropanol kann für eine neue Extraktion wiederverwendet werden. Destillationsprodukte, die sich aus der Verarbeitung flüssiger Produkte ergeben und andere Lösungsmittel enthalten können, sind zu verwerfen.

2.2 Abtrennung der Seife aus dem Isopropanol-Extrakt

Die Prüfung der biologischen Abbaubarkeit eines Wasch- und Reinigungsmittels kann selbst bei Verwendung von Isopropanol-Extrakten zu falschen Ergebnissen führen. Die Kurven der biologischen Abbaubarkeit eines leicht abbaubaren Detergens können zuweilen eine Ähnlichkeit mit denen eines schwer abbaubaren Waschmittels (TBS) aufweisen. In diesen Fällen ist es vor der Kontrolle der biologischen Abbaubarkeit der MBAS erforderlich, aus dem Isopropanol-Extrakt einen großen Teil der störenden Seife zu entfernen.

Die folgende Vorschrift wurde vorgesehen, um aus dem Isopropanol-Extrakt große Mengen von Seife durch eine Laboratoriumsmethode zu entfernen. Der so erhaltene Extrakt ist ausschließlich für die Prüfung der biologischen Abbaubarkeit der MBAS zu verwenden, nicht jedoch für andere analytische Trennungen und Bestimmungen.

2.2.1. Prinzip

Auflösung einer ausreichenden Menge Isopropanol-Extrakt im Methanol in der Weise, daß mindestens 25 g MBAS zur Verfügung stehen. Ansäuern der Lösung mit Salzsäure zwecks Freisetzung der Fettsäuren der Seife. Zugabe von Wasser, bis man ein Verhältnis Methanol zu Wasser von 80 zu 20 erhält. Anschließend Extraktion der Fettsäuren mit Hexan. Das so erhaltene Extrakt wird verworfen. Erneute Alkalisierung der Methanol-Wasserphase, anschließend völliges Eindampfen bis zur Trockne.

Verwendung des trocknen Rückstands ohne weitere Behandlung für die Prüfung der biologischen Abbaubarkeit nach erfolgter Bestimmung des Gehalts an MBAS.

2.2.2. Analysengang

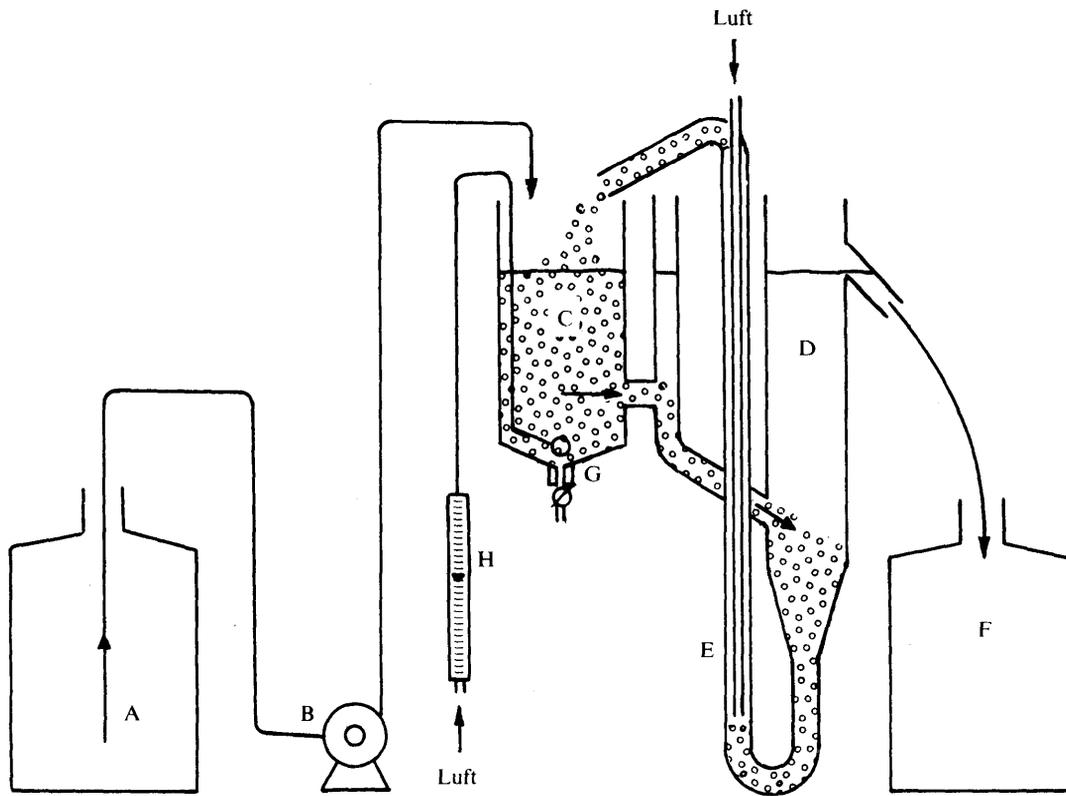
In einem 2-Liter-Erlenmeyerkolben löst man etwa 100 ml Methanol und eine Menge Isopropanol-Extrakt, die mindestens 30 g MBAS enthält, unter leichter Erwärmung. Nach Hinzufügung von insgesamt 800 ml Methanol werden 5 bis 10 Tropfen einer Lösung von Bromphenolblau (zu 0,04%) zugegeben und der pH-Wert auf 3 gebracht (Gelbfärbung) durch Zugabe von Salzsäure 2 N (Bromphenolblau-Lösung: Auflösen von 0,4 g Bromphenolblau in 200 ml Äthanol (96%), Zugabe von destilliertem Wasser zwecks Auffüllen des Volumens auf 1 000 ml). Mit destilliertem Wasser bis zu einer Gesamtmenge von 1 000 ml auffüllen, unter Berücksichtigung der bereits zugegebenen Salzsäuremenge.

Zur Extraktion der Fettsäuren wird diese Lösung in einen Scheidetrichter geeigneter Abmessungen gegeben und einmal mit 300 ml, zwei weitere Male mit 200 ml n-Hexan geschüttelt. Die Extraktion kann auch in mehreren kleinen Scheidetrichtern erfolgen. Bilden sich trübe Zwischenschichten, so werden diese zur unteren Phase der beiden ersten Extraktionen sowie zur oberen Phase der letzten Extraktion zugegeben. Bei sehr starkem Seifengehalt werden, wenn das Volumen des Lösungsmittels nicht zur Sicherstellung der Auflösung und der Extraktion ausreicht, größere Mengen verwendet.

Die n-Hexan-Fractionen werden aufgesammelt und mit 200 ml einer Mischung von Methanol und Wasser gewaschen (im Verhältnis 80 zu 20). Die trüben Zwischenschichten werden in der n-Hexan-Phase belassen und verworfen.

Die Fraktionen Methanol-Wasser werden vereinigt und der pH-Wert durch Hinzufügen einer Sodalösung 1 n auf 9 gebracht, wobei mit Phenolphthalein kontrolliert wird. Die Lösung wird im Warmwasserbad bis zur Verdampfung des Methanols eingeeengt. Der Extrakt wird im Warmwasserbad erneut aufgelöst. Die Bestimmung der MBAS dieser Lösung erfolgt nach der zuvor beschriebenen Methode.

Abbildung 1



- A. Vorratsgefäß
- B. Dosierpumpe
- C. Belüftungsgefäß (Inhalt 3 Liter)
- D. Absetzgefäß
- E. Druckluftpumpe
- F. Sammelgefäß
- G. Belüftungsvorrichtung
- H. Luftmengenmesser

Abbildung 3

Berechnung der biologischen Abbaubarkeit

— Bestätigungstest —

