

382L0243

Nr L 109/18

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING

22.4.82

RÅDETS DIREKTIV

av den 31 mars 1982

om ändring i direktiv 73/405/EEG om tillnärmning av medlemsstaternas lagar om testmetoder för anjon-ytaktiva ämnens biologiska nedbrytbarhet

(82/243/EEG)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS RÅD HAR ANTAGIT
DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen, särskilt artikel 100 i detta,

med beaktande av kommissionens förslag⁽¹⁾,

med beaktande av Europaparlamentets yttrande⁽²⁾,

med beaktande av Ekonomiska och sociala kommitténs yttrande⁽³⁾, och

med beaktande av följande:

Rådets direktiv 73/405/EEG⁽⁴⁾ bör anpassas med anledning av den senaste vetenskapliga och tekniska utvecklingen, vilket kräver

- att hänvisningarna till metoder i artikel 2 aktualiseras,
- att artikel 2 kompletteras med ytterligare en metod, som används i Storbritannien,
- att den referensmetod (kontrollprov) som skall användas vid en eventuell tvist förbättras.

Enligt artikel 4 i rådets direktiv 73/404/EEG av den 22 november 1973 om tillnärmning av medlemsstaternas lagar om tvätt- och rengöringsmedel⁽⁵⁾ bör lämpliga toleransgränser för mätning av biologisk nedbrytbarhet fastställas, för att hänsyn skall kunna tas till sådana otillförlitligheter i testmetoderna som skulle kunna resultera i avslagsbeslut med avsevärda ekonomiska konsekvenser. Ett beslut om avslag får därför fattas endast då de resultat som erhållits med en testmetod som specificeras i artikel 2 i direktiv 73/405/EEG visar en biologisk nedbrytbarhet som understiger 80 procent.

Viss oklarhet har uppkommit beträffande tillämpningsområdet för direktiv 73/405/EEG, varför det är nödvändigt att göra helt klart att direktivet endast gäller ytaktiva ämnen i tvätt- och rengöringsmedel och att artikel 2 behandlar graden av biologisk nedbrytbarhet i de anjon-ytaktiva ämnena i tvätt- och rengöringsmedlet och inte själva medlets biologiska nedbrytbarhet.

Bilagan till direktiv 73/405/EEG bör ändras och utvidgas enligt det förfarande som anges i artikel 3a i det direktivet.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Direktiv 73/405/EEG ändras härmed enligt följande:

1. I artikel 1 görs följande tillägg: "i sådana tvätt- och rengöringsmedel som avses i artikel 1 i direktiv 73/404/EEG".
2. Artikel 2 och 3 skall ha följande lydelse:

"Artikel 2

Enligt artikel 4 i direktiv 73/404/EEG om tvätt- och rengöringsmedel skall medlemsstaterna förbjuda att tvätt- och rengöringsmedel släpps ut på marknaden eller används inom deras territorier, om medlen innehåller anjon-ytaktiva ämnen vilkas biologiska nedbrytbarhet är lägre än 80 procent, bestämd med en av följande metoder:

- OECD-metoden, publicerad i OECDs tekniska rapport av den 11 juni 1976 med titeln "Proposed Method for the Determination of the Biodegradability of Surfactants used in Synthetic Detergents".

⁽¹⁾ EGT nr C 112, 14.5.1981, s. 4.

⁽²⁾ EGT nr C 172, 13.7.1981, s. 111.

⁽³⁾ EGT nr C 310, 30.11.1981, s. 7.

⁽⁴⁾ EGT nr L 347, 17.12.1973, s. 53.

⁽⁵⁾ EGT nr L 347, 17.12.1973, s. 51.

— Den metod som används i Tyskland, fastställd genom "Verordnung Über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln" av den 30 januari 1977, publicerad i *Bundesgesetzblatt* 1977, del 1 s. 244, och som beskrivs i ändringen av den 18 juni 1980, publicerad i *Bundesgesetzblatt* 1980, del 1 s. 706.

— Den metod som används i Frankrike och som godkänts genom förordningen av den 28 december 1977, publicerad i *Journal officiel de la République française* av den 18 januari 1978, sidorna 514 och 515, och experimentstandarden T 73-260 från juni 1981, utgiven av "Association française de normalisation" (AFNOR).

— Den metod som används i Storbritannien och som går under benämningen "Porous Pot Test", enligt beskrivningen i Technical Report nr. 70/1978, utgiven av Water Research Centre.

Artikel 3

Vid tillämpningen av förfarandet i artikel 5.2 i direktiv 73/404/EEG skall laboratorieutlåtagandet om icke-joniska ytaktiva ämnen grundas på den referensmetod (kontrollprov) som beskrivs i bilagan till detta direktiv."

3. Följande artikel skall införas:

"Artikel 3a

De ändringar som erfordras för att anpassa bilagan till den tekniska utvecklingen skall antas enligt det förfarande som fastställs i artikel 7b i direktiv 73/404/EEG."

4. Bilagan ersätts av bilagan till detta direktiv.

Artikel 2

Medlemsstaterna skall sätta i kraft de bestämmelser som är nödvändiga för att följa detta direktiv inom 18 månader efter dagen för anmälan och skall genast underrätta kommissionen om detta.

Artikel 3

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 31 mars 1982.

På rådets vägnar

P. de KEERSMAEKER

Ordförande

BILAGA

BESTÄMNING AV DEN BIOLOGISKA NEDBRYTBARHETEN HOS ANJON-YTAKTIVA ÄMNEN

Referensmetod (kontrollprov)

KAPITEL 1

1.1 Definition

I detta direktiv avses med "anjon-ytaktiva ämnen" sådana ytaktiva ämnen som efter att ha passerat genom katjonaktiva och anjon-aktiva jonbytare frånges med fraktionell eluering och bestäms med metylenblått (MBAS) enligt det analysförfarande som beskrivs i kapitel 3.

1.2 Erforderlig mätutrustning

Mätmetoden utnyttjar en liten aktivslam-anläggning som visas i figur 1 och mer detaljerat i figur 2.

Utrustningen består av ett lagringskärl A för syntetiskt avloppsvatten, doseringspump B, luftningskärl C, sedimenteringskärl D, luftpump E för återföring av det aktiva slammet samt kärl F för uppsamling av det behandlade avloppsvattnet.

Kärln A och F måste vara av glas eller lämplig plast och rymma minst 24 liter. Pumpen B måste ge ett konstant flöde syntetiskt avloppsvatten till luftningskärlet, vilket under normal drift innehåller 3 liter blandad vätska. En sintrad luftningskub G är upphängd i kärlet C vid den koniska delens spets. Den luftmängd som blåses genom luftaren skall kontrolleras med en flödesmätare H.

1.3 Syntetiskt avloppsvatten

För provningen används syntetiskt avloppsvatten. Lös upp följande ämnen per liter vattenledningsvatten:

160 mg pepton
110 mg köttextrakt
30 mg karbamid $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$
7 mg natriumklorid (NaCl)
4 mg kalciumklorid ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
2 mg magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
28 mg dikalciumvätefosfat (K_2HPO_4) och
 20 ± 2 mg MBAS

MBAS extraheras från den produkt som skall testas med den metod som anges i kapitel 2. Nytt syntetiskt avloppsvattnet skall beredas varje dag.

1.4 Beredning av prover

1.4.1 Enkla ytaktiva ämnen kan analyseras i sitt ursprungliga tillstånd. Halten MBAS måste fastställas för att kunna bereda det syntetiska avloppsvattnet (1.3).

1.4.2 Formulerade produkter analyseras med avseende på halten av MBAS och tvål. Dessa skall alkoholextraheras och MBAS skall avskiljas (se kapitel 2). MBAS-halten i extraktet måste vara känd för att kunna bereda det syntetiska avloppsvattnet.

1.5 Användning av utrustningen

Fyll först luftningskärlet C och sedimenteringskärlet D med syntetiskt avloppsvatten. Kärlet D skall vara så högt placerat att luftningskärlet C innehåller tre liter.

Utför ympningen genom att tillföra 3 ml sekundärt utflöde av god kvalitet, nyligen uppsamlat från en behandlingsanläggning som i huvudsak tar hand om hushållsavloppsvatten. Utflödet skall hållas aerobt under tiden mellan provtagningen och själva användningen. Starta sedan luftaren G, luftpumpen E och doseringsapparaten B. Det syntetiska avloppsvattnet måste passera genom syresättningskärlet C med en hastighet av en liter i timmen, vilket ger en genomsnittlig retentionstid på tre timmar.

Luftningshastigheten skall regleras så att innehållet i kärlet C ständigt hålls suspenderat och halten löst syre är minst 2 mg/l. Skumbildning måste förhindras på lämpligt sätt. Skumdämpande medel som hämmar det aktiva slammet eller innehåller MBAS får inte användas. Luftpumpen E skall vara inställd så att det aktiva slammet från sedimenteringskärlet ständigt och regelbundet återförs till luftningskärlet C. Slam som samlats i överdelen av luftningskärlet C, i botten av sedimenteringskärlet D eller i rörsystemet skall återföras till cirkulationen minst en gång om dagen genom avborstning eller på annat sätt. Om slammet inte sedimenterar kan man öka dess densitet genom att tillsätta 5 %-lösning av järnklorid, 2 ml i taget, så många gånger som behövs.

Utflödet från sedimenteringskärlet D samlas upp i kärlet F under 24 timmar varefter man tar ut ett prov efter omsorgsfull blandning. Rengör sedan kärlet F omsorgsfullt.

1.6 Kontroll av mätutrustningen

MBAS-halten (i mg/l) i det syntetiska avloppsvattnet bestäms omedelbart före användningen.

MBAS-halten (i mg/l) i det utflöde som samlats upp i kärlet F under 24 timmar bör bestämmas analytiskt med samma metod omedelbart efter uppsamlingen. I annat fall måste proverna bevaras, helst genom frysning. Halterna måste bestämmas med en noggrannhet av 0,1 mg/l MBAS.

Som kontroll på processens effektivitet mäter man minst två gånger i veckan det kemiska syrebehovet (COD) eller upplöst organiskt kol (DOC) i utflödet, som filtrerats genom glasfiber och samlats upp i kärlet F samt i det filtrerade syntetiska avloppsvattnet i kärlet A.

Reduceringen av COD eller DOC bör plana ut när den biologiska nedbrytningen av MBAS är ungefär densamma varje dag, dvs. mot slutet av inkörningsperioden enligt figur 3.

Halten torrsubstans i det aktiva slammet i luftningskärlet bör fastställas två gånger i veckan, i g/l. Om den är högre än 2,5 g/l skall överskottet av det aktiva slammet kasseras.

Provet utförs i rumstemperatur, som skall hållas konstant mellan 292 och 297 K (19-24 °C).

1.7 Beräkning av biologisk nedbrytbarhet

Den procentuella nedbrytningen av MBAS skall beräknas varje dag på grundval av MBAS-halten i mg/l i det syntetiska avloppsvattnet och motsvarande utflöde som samlats upp i kärlet F. De värden för nedbrytningen som då erhålls skall presenteras grafiskt enligt figur 3.

Nedbrytningen av MBAS bör beräknas som medeltalet av de värden som erhålls under de 21 dagar som följer efter inkörningsperioden, under vilken nedbrytningen har varit regelbunden och anläggningen har fungerat utan problem. Under alla förhållanden bör inkörningsperioden inte vara längre än sex veckor.

De dagliga nedbrytningsvärdena beräknas till närmaste 0,1 %, men slutresultatet anges i närmaste heltal.

I vissa fall kan det vara tillåtet att minska provtagningsfrekvensen, men minst 14 resultat insamlade under de 21 dagarna efter inkörningsperioden skall användas vid beräkning av genomsnittet.

KAPITEL 2

FÖRBEREDANDE BEHANDLING AV VAROR SOM SKALL TESTAS

2.1 Inledande kommentarer

2.1.1 *Behandling av prover*

Innan den biologiska nedbrytbarheten bestäms genom kontrollprovet behandlas anjon-ytaktiva medel och formulerade tvätt- och rengöringsmedel på följande sätt:

Produkter	Behandling
Anjon-ytaktiva medel	Formulerade tvätt- och rengöringsmedel
Ingen	Alkoholextraktion följt av separation av anjonytaktiva medel genom jonbyte

Avsikten med alkoholextraktionen är att avskilja de olösliga och oorganiska beståndsdelarna i den kommersiella varan, vilka i vissa fall kan störa testningen av biologisk nedbrytbarhet.

2.1.2 *Jonbyte*

Isolering och separering av de anjon-ytaktiva ämnena från tvål, icke-joniska ytaktiva ämnen och katjon-ytaktiva ämnen krävs för korrekta tester av den biologiska nedbrytbarheten.

Detta kan göras genom jonbyte med en makroporös jonbytarmassa och lämpliga elueringsmedel för fraktionerad eluering. Tvål, anjon-ytaktiva och icke-joniska ytaktiva ämnen kan alltså isoleras med ett och samma förfarande.

2.1.3 *Analytisk kontroll*

Efter homogenisering fastställs halten av anjon-ytaktiva ämnen i tvätt- och rengöringsmedlet med analysförfarandet för MBAS. Tvålhalten bestäms med en lämplig analysmetod. Denna analys av varorna är nödvändig för beräkning av de mängder som behövs för beredning av de prover som skall användas för testerna av den biologiska nedbrytbarheten.

En kvantitativ extraktion är inte nödvändig, men minst 80 % av de anjon-ytaktiva ämnena bör extraheras. Normalt uppnås 90 % eller mer.

2.2 Princip

Från ett homogent prov (pulver, torkade pastor och torkade vätskor) erhålls ett etanolextrakt som innehåller de ytaktiva ämnena, tvål och andra beståndsdelar i det syntetiska tvätt- och rengöringsmedelsprovet som är lösliga i alkohol.

Etanolextraktet får avdunsta helt och löses upp i en blandning av isopropanol och vatten, varpå den erhållna lösningen får passera genom en starkt sur katjonbytare och en makroporös anjonbytare i kombination, uppvärmd till 323 K (50 °C). Denna temperatur är nödvändig för att förhindra utfällning av de fettsyror som kan förekomma i sura medier.

De icke-joniska ytaktiva ämnena blir kvar i utflödet.

Fettsyror i tvål separeras genom upplösning med etanol innehållande CO₂. De anjon-ytaktiva ämnena erhålls sedan som ammoniumsalter genom upplösning med en isopropanollösning av ammoniumbikarbonat. Dessa ammoniumsalter används för nedbrytningstestet.

Katjon-ytaktiva ämnen som kan störa testningen av den biologiska nedbrytbarheten och analysen avlägsnas genom att katjonbytaren placeras ovanför anjonbytaren.

2.3 Kemikalier och utrustning**2.3.1 Avjoniserat vatten**

2.3.2 Etanol, 95 % (volym/volym) C_2H_5OH (tillåtet denatureringsmedel: metyletylketon eller metanol).

2.3.3 Blandning av isopropanol/vatten (50/50 volym/volym):

50 delar isopropanol ($CH_3CH(OH) \cdot CH_3$) och 50 delar vatten (2.3.1).

2.3.4 Lösning av koldioxid i etanol (ca. 0,1 % CO_2): Via ett rör med inbyggd sintring får koldioxiden CO_2 flyta genom etanolen (2.3.2) i 10 minuter. Använd bara nyberedda lösningar.

2.3.5 Lösning av ammoniumbikarbonat (60/40 volym/volym): 0,3-mol NH_4HCO_3 i 1 000 ml av blandningen isopropanol/vatten, 60 volymdelar isopropanol och 40 volymdelar vatten (2.3.1).

2.3.6 Katjonbytare (KAT), starkt sur alkoholresistent (50-100 mesh).

2.3.7 Anjonbytare (AAT), makroporös, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) eller likvärdig.

2.3.8 Saltsyra, 10 % HCl (vikt/vikt).

2.3.9 En 2 000-ml rundkolv med slipad glaspropp samt återflödeskylare.

2.3.10 Sugfilter (uppvärmbart) för filterpapper, diameter 90 mm.

2.3.11 2 000-ml filterkolv

2.3.12 Jonbytarkolonner med uppvärmningshölje och kran, innerslang, diameter 60 mm, höjd 450 mm (figur 4).

2.3.13 Vattenbad.

2.3.14 Vakuum-torkugn.

2.3.15 Termostat.

2.3.16 Roterande indunstare.

2.4. Beredning av extrakt och separation av anjonaktiva ämnen**2.4.1 *Beredning av extrakt***

Den mängd ytaktiva ämnen som erfordras för testning av biologisk nedbrytbarhet är cirka 50 g MBAS.

Normalt behöver inte mer än 1 000 g av varan extraheras, men det kan bli nödvändigt att extrahera ytterligare mängder av provet. Av praktiska skäl bör den mängd av varan som extraheras begränsas till 5 000 g vid beredning av extrakt för testning av biologisk nedbrytbarhet.

Erfarenheten har visat att det är fördelaktigt att använda flera mindre extraktioner i stället för en stor. De kvantiteter bytare som här anges är avsedda för en arbetskapacitet på 600-700 mmol ytaktiva ämnen och tvål.

2.4.2 *Isolering av beståndsdelar som är lösliga i alkohol*

Tillsätt 250 g av det syntetiska tvätt- och rengöringsmedel som skall analyseras till 1250 ml etanol, varm blandningen till kokpunkten och återloppskoka i en timme under omrörning. Håll den varma alkoholhaltiga lösningen genom ett grovporigt sugfilter uppvärmt till 323 K (50 °C) och filtrera snabbt. Tvätta kolven och sugfiltret med cirka 200 ml varm etanol. Samla upp filtratet och materialet från det tvättade filtret i en filterkolv.

Vid analys av pastor eller flytande produkter tillförsäkras att inte mer än 55 g anjon-ytaktiva ämnen och 35 g tvål finns med i provet. Indunsta det vägda provet tills det är helt torrt. Lös upp restmaterialet i 2 000 ml etanol och fortsätt enligt beskrivningen ovan.

För pulver med uppenbart låg densitet ($> 300 \text{ g/l}$) är det lämpligt att öka etanolhalten till 20:1.

Indunsta etanolfiltratet till torrhet, helst med en roterande indunstare. Upprepa detta om större extraktmängd behövs. Lös upp restmaterialet i 5 000 ml av en blandning av isopropanol och vatten.

2.4.3 *Tillverkning av jonbytarkolonnerna*

Katjonbytarkolonn

Placera 600 ml katjonbytarmassa (2.3.6) i en 3 000-ml bägare och täck den genom att tillsätta 2 000 ml saltsyra (2.3.8). Låt detta stå i minst två timmar med omrörning då och då. Håll av syran och för över jonbytarmassan till kolonnen (2.3.12) med hjälp av avjoniserat vatten. Kolonnen skall innehålla en glasullspropp. Tvätta kolonnen med avjoniserat vatten med en hastighet av 10-30 ml/min tills eluatet är kloridfritt. Avlägsna vattnet med 2 000 ml av blandningen isopropanol/vatten (2.3.3) vid en hastighet på 10-30 ml/min. Jonbytarkolonnen är nu klar för användning.

Anjonbytarkolonn

Placera 600 ml anjonbytarmassa (2.3.7) i en 3 000-ml bägare och täck genom att tillsätta 2 000 ml avjoniserat vatten. Låt massan svälla i minst två timmar. Överför massan till kolonnen med hjälp av avjoniserat vatten. Kolonnen skall innehålla en glasullspropp.

Tvätta kolonnen med 0,3 M ammoniumbikarbonatlösning (2.3.5) tills den är fri från klorid. För detta erfordras ungefär 5 000 ml lösning. Tvätta igen med 2 000 ml avjoniserat vatten. Avlägsna vattnet med 2 000 ml av blandningen isopropanol och vatten (2.3.3) med en hastighet av 10-30 ml/min. Jonbytarkolonnen är nu i OH-tillståndet och klar för användning.

2.4.4 *Jonbytesförfarande*

Anslut jonbytarkolonnerna så att katjonbytaren är placerad ovanpå anjonbytaren. Värm båda jonbytarkolonnerna till 323 K (50 °C) med termostatsstyrning. Värm 5 000 ml av den lösning som erhållits enligt 2.4.2 ovan till 333 K (60 °C) och låt lösningen rinna genom jonbytkombinationen med en hastighet av 20 ml/min. Tvätta kolonnerna med 1 000 ml varm blandning isopropanol/vatten (2.3.3).

Koppla ifrån katjonbytaren (KAT) för att få fram de anjon-ytaktiva medlen (MBAS). Driv ut tvålfettsyrorna ur katjonbytaren med 5 000 ml lösning etanol/ CO_2 (323 K, 50 °C) (2.3.4). Kassera eluatet.

Driv sedan ut MBAS ur anjonbytaren (AAT) med 5 000 ml bikarbonatlösning (2.3.5). Låt all vätska avdunsta på ett ångbad eller i en roterande indunstare. Det återstående restmaterialet innehåller MBAS (som ammoniumsalt) och eventuella icke ytaktiva anjoner, vilka inte stör testningen av biologisk nedbrytning. Tillsätt avjoniserat vatten till restmaterialet tills en bestämd volym erhålls och fastställ MBAS-halten i en delmängd enligt kapitel 3. Lösningen används som standardlösning av anjonaktiva syntetiska tvätt- och rengöringsmedel för testning av biologisk nedbrytbarhet. Lösningen skall hållas vid en temperatur under 278 K (5 °C).

2.4.5 *Regenerering av jonbytarmassorna*

Katjonbytaren kasseras efter användningen.

Anjonbytarmassan regenereras genom att en ammoniumbikarbonatlösning (2.3.5) får passera genom kolonnen med en flödeshastighet av cirka 10 ml/min tills eluatet är fritt från anjon-ytaktiva ämnen (test med metylenblått). Skölj sedan anjonbytaren med 2 000 ml av blandningen isopropanol och vatten (2.3.3). Därmed är anjonbytaren klar för återanvändning.

KAPITEL 3

BESTÄMNING AV ANJON-YTAKTIVA ÄMNEN VID TESTNING AV BIOLOGISK
NEDBRYTBARHET

3.1 Princip

Metoden är baserad på att den katjonaktiva färgen metylenblått bildar blå salter med anjon-ytaktiva ämnen som kan extraheras med kloroform. För att eliminera störningar utförs extraktionen först från en alkalisk lösning, varpå extraktet skakas med en sur lösning av metylenblått. Den frångångna organiska fasens absorbans mäts med en fotometer vid den våglängd som ger maximal absorption, dvs. 650 nm.

3.2 Reagenser och utrustning

3.2.1 Buffertlösning pH 10:

Lös upp 24 g natriumbikarbonat (NaHCO_3) p.a. och 27 g vattenfritt natriumkarbonat (Na_2CO_3) p.a. i avjoniserat vatten och späd till 1 000 ml.

3.2.2 Neutral lösning av metylenblått:

Lös upp 0,35 g metylenblått (p.a.) i avjoniserat vatten och späd till 1 000 ml. Bered lösningen minst 24 timmar innan den skall användas. Den blanka kloroformfasens absorbans, som mäts gentemot kloroform, får inte överskrida 0,015 per 1 cm av skiktets tjocklek vid 650 nm.

3.2.3 Sur lösning av metylenblått:

Lös upp 0,35 g metylenblått (p.a.) i 500 ml avjoniserat vatten och blanda med 6,5 ml H_2SO_4 ($d = 1,84 \text{ g/ml}$). Späd till 1 000 ml med avjoniserat vatten. Bered lösningen minst 24 timmar innan den skall användas. Den blanka kloroformfasens absorbans, som mäts gentemot kloroform, får inte överskrida 0,015 per 1 cm av skiktets tjocklek vid 650 nm.

3.2.4 Kloroform (triklorometan) (p.a.) nydestillerad.

3.2.5 Dodecylbensensulfonsyrametylester.

3.2.6 Etanolkaliumhydroxidlösning KOH 0,1 M.

3.2.7 Ren etanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.3.2.8 Svavelsyra, H_2SO_4 0,5 M.

3.2.9 Fenolftaleinlösning:

Lös upp 1 g fenolftalein i 50 ml etanol och tillsätt 50 ml avjoniserat vatten under ständig omrörning. Filtrera bort eventuell fällning.

3.2.10 Metanolsaltsyra: 250 ml saltsyra p.a. och 750 ml metanol.

3.2.11 Separertratt, 250 ml.

3.2.12 Kolv graderad till 50 ml.

3.2.13 Kolv graderad till 500 ml.

3.2.14 Kolv graderad till 1 000 ml.

3.2.15 Rundkolv med slipad glaspropp och återloppskylare, 250 ml, kokstenar.

3.2.16 pH-mätare.

3.2.17 Fotometer för mätningar vid 650 nm, med encentimeters till femcentimeters celler.

3.2.18 Filtrerpapper, kvalitativt.

3.3 Förfarande

Prov som skall analyseras får inte tas genom ett skumskikt.

Efter omsorgsfull rengöring med vatten måste analysutrustningen sköljas grundligt med metanol-saltsyra (3.2.10) och därefter med avjoniserat vatten innan den används.

Filtrera dels det vatten som rinner in i aktivslamanläggningen, dels även utflödet omedelbart vid provtagningen. Kassera de första 100 ml av filtraten.

Överför en uppmätt volym av provet, neutraliserad om så erfordras, till en 250-ml separertratt (3.2.11). Provmängden bör innehålla mellan 20 och 150 µg MBAS. Vid lägre MBAS-halter kan man använda upp till 100 ml av provet. Om mindre än 100 ml används, späds med avjoniserat vatten till 100 ml. Tillsätt 10 ml av buffertlösningen (3.2.1), 5 ml neutral lösning av metylenblått (3.2.2) och 15 ml kloroform (3.2.4). Skaka blandningen jämnt men inte alltför kraftigt i en minut. Efter fassepareringen överförs kloroformskiktet till en annan separertratt, som innehåller 110 ml avjoniserat vatten och 5 ml sur lösning av metylenblått (3.2.3). Skaka blandningen i en minut. Tappa ner kloroformskiktet i en graderad kolv (3.2.12) genom ett bomullsfilter som tidigare rengjorts och fuktats med kloroform.

Extrahera de alkaliska och sura lösningarna tre gånger med användning av 10 ml kloroform för den andra och tredje extraktionen. Filtrera de kombinerade kloroformextrakten genom samma bomullsfilter och späd till märket på 50 ml-kolven (3.2.12) med den kloroform som används för tvättning av bomullen. Mät kloroformlösningens absorbans med en fotometer vid 650 nm i en centimeters till femcentimeters celler gentemot kloroform. Gör ett blindtest med hela förfarandet.

3.4 Kalibreringskurva

Bered en kalibreringslösning med standarden dodecylbensensulfonsyrametylester (tetrapropylen-typ molvikt 340) efter förtvålning till kaliumsalt. MBAS beräknas som natriumdodecylbensensulfonat (molvikt 348).

Väg upp 400–450 mg dodecylbensensulfonsyrametylester (3.2.5) i en rundkolv med vågpipett (noggrannhet 0,1 mg) och tillsätt 50 ml etanolkaliumhydroxidlösning (3.2.6) och några kokstearnar. Sätt på återloppskylaren och koka i en timme. Tvätta kylaren och kulslipningen med cirka 30 ml etanol när vätskan svalnat och sätt det tvättade materialet till innehållet i kolven. Titrera lösningen med svavelsyra mot fenoltalein tills den blir färglös. Överför lösningen till en kolv graderad till 1 000 ml (3.2.14), späd till märket med avjoniserat vatten och blanda.

En del av denna ytaktiva stamlösning späds sedan ytterligare. Ta ut 25 ml och överför till en graderad kolv på 500 ml (3.2.13), späd till märket med avjoniserat vatten och blanda.

Denna standardlösning innehåller $\frac{E \times 1,023}{20\,000}$ mg MBAS per ml, där E är provets vikt i mg. För att göra upp kalibreringskurvan ta ut 1, 2, 4, 6, 8 ml av standardlösningen och späd varje sådan andel till 100 ml med avjoniserat vatten. Fortsätt sedan enligt punkt 3.3, inkl. blindtestet.

3.5 Resultatberäkning

Mängden anjon-ytaktigt ämne (MBAS) i provet avläses från kalibreringskurvan (3.4). MBAS-halten i provet erhålls av formeln

$$\frac{\text{mg MBAS} \times 1\,000}{V} = \text{MBAS mg/l}$$

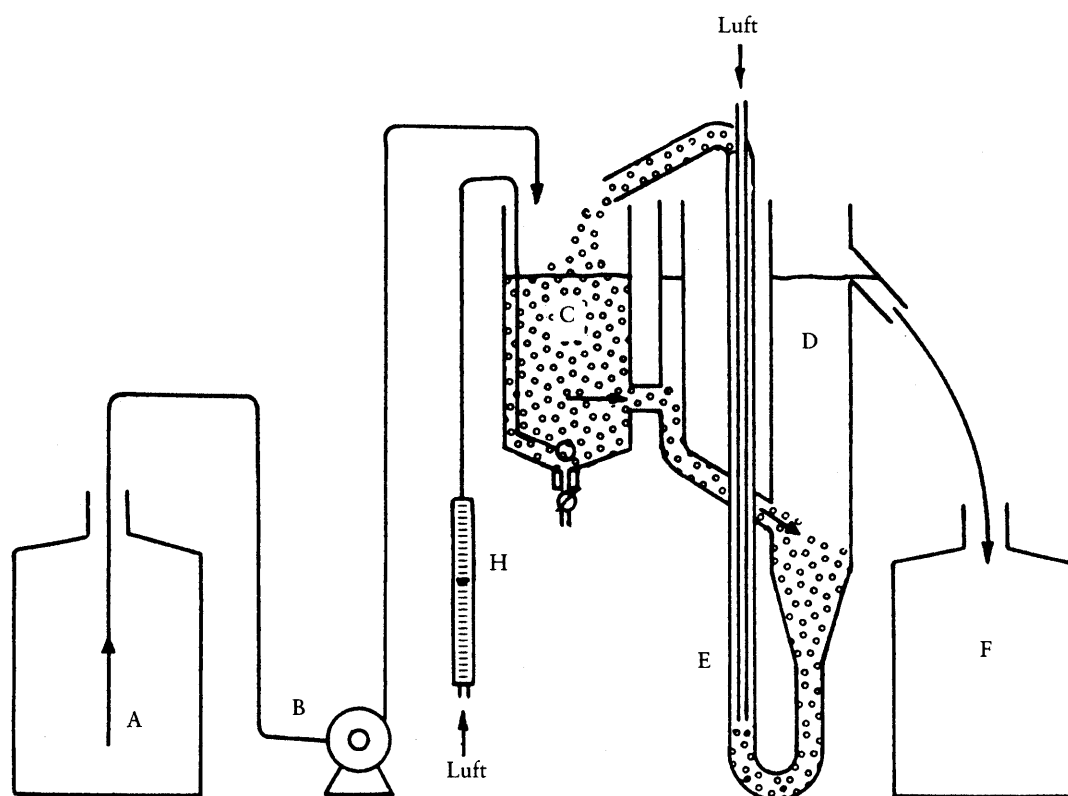
där V = ml volym i provet.

Uttryck resultatet som natriumdodecylbensensulfonat (molvikt 348).

3.6 Redovisning av resultaten

Uttryck resultaten som MBAS mg/l, avrundat till närmaste 0,1.

Figur 2



A: Lagringskär

B: Doseringsapparat

C: Luftningskär (kapacitet 3 liter)

D: Sedimenteringskär

E: Luftpump

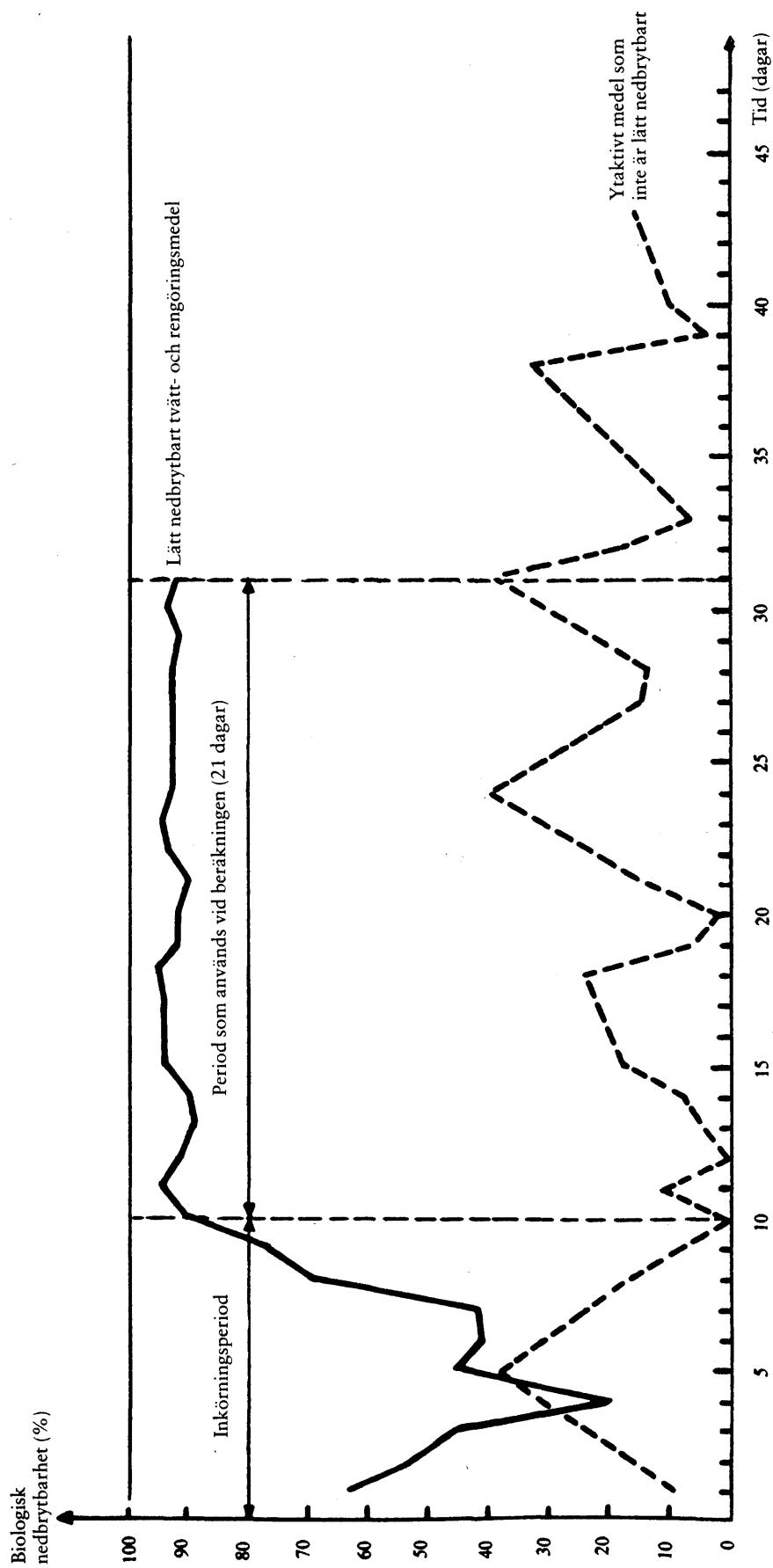
F: Uppsamlingskär

G: Sintrad luftare

H: Luftflödesmätare

Figur 3

Beräkning av biologisk nedbrytbarhet – Kontrollprov



Figur 4

Uppvärmd jonbytarkolonn

(Mått i millimeter)

