31973L0405

L 347/53 *EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS* 1973 12 17

TARYBOS DIREKTYVA
1973 m. lapkričio 22 d.
dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su anijoninių paviršinio aktyvumo medžiagų biologinio skilimo tyrimo metodais, suderinimo

(73/405/EEB)

EUROPOS BENDRIJŲ TARYBA,

atsižvelgdama į Europos ekonominės bendrijos steigimo sutartį, ypač į jos 100 straipsnį,

atsižvelgdama į 1973 m. lapkričio 22 d. Tarybos direktyvą [1] dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su plovikliais, suderinimo, ypač į jos 4 straipsnį,

atsižvelgdama į Komisijos pasiūlymą,

atsižvelgdama į Europos Parlamento nuomonę [2],

atsižvelgdama į Ekonomikos ir socialinių reikalų komiteto nuomonę [3],

kadangi siekiant sudaryti galimybę valstybėms narėms nustatyti anijoninių paviršinių aktyvumo medžiagų biologinio skilimo laipsnį, patartina tam tikslui taikyti kai kuriose valstybėse narėse jau naudojamus tyrimo metodus; kadangi vis dėlto biologinis skilimas ginčų atvejais turi būti tiriamas taikant bendrą metodą;

kadangi atsižvelgiant į valstybių narių įstatymų, susijusių su plovikliais, suderinimą turėtų būti nustatytos tinkamos biologinio skilimo matavimo paklaidos, kaip tai yra numatyta 1973 m. lapkričio 22 d. Tarybos direktyvos 4 straipsnyje, tam, kad būtų atsižvelgta į naudojamų metodų nepatikimumą, dėl ko gali būti atmetami sprendimai, turintys svarbias ekonomines pasekmes ir kadangi tokie sprendimai turi būti atmetami tik tuo atveju, kai analizė rodo, kad biologinio skilimo laipsnis yra mažesnis nei 80 %,

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

1 straipsnis

Ši direktyva taikoma anijoninių paviršinio aktyvumo medžiagų biologinio skilimo tyrimo metodams.

2 straipsnis

Pagal 1973 m. lapkričio 22 d. Tarybos direktyvos 4 straipsnį, valstybės narės, tinkamai atsižvelgdamos į tyrimo metodų nepatikimumą, turi drausti ploviklį pateikti į rinką ir jį naudoti savo teritorijoje, jeigu jo biologinio skilimo laipsnis yra mažesnis nei 80 %, kuris nustatomas atlikus vieną analizę vienu iš toliau išvardytų metodų:

— Prancūzijoje naudojamu metodu, patvirtintu 1970 m. gruodžio 11 d. įsaku, paskelbtu 1971 m. sausio 5 d. „Journal officiel de la Republique Francaise“ Nr. 3 ir 1971 m. vasario mėn. priimtu eksperimentiniu standartu T 73-260, kurį paskelbė „Association francaise de normalisation“ (AFNGR),

— Vokietijos Federacinėje Respublikoje naudojamu metodu, 1962 m. gruodžio 1 d. patvirtintu „Verordnung über die Abbaubarkeit von Detergentien in Wasch- und Reinigungsmitteln“ ir paskelbtu „The Bundesgesetzblatt“, 1 dalis, p. 698,

— EBPO metodu, paskelbtu 1970 gruodžio 29 d. EBPO techninėje ataskaitoje „Dėl modelinių anijoninių paviršinio aktyvumo medžiagų biologinio skilimo nustatymo“.

3 straipsnis

1973 m. lapkričio 22 d. Tarybos direktyvos 5 straipsnio 2 dalyje numatyta tvarka laboratorijos nuomonė apie anijonines paviršinio

(1) OL L 347, 1973 12 17, p. 51.
(2) OL C 10, 1972 2 5, p. 29.
(3) OL C 89, 1972 8 23, p. 13.

aktyvumo medžiagas grindžiama „patvirtinančio tyrimo procedūra“pagal EBPO metodą, apibūdintą šios direktyvos priede.

4 straipsnis

1. Valstybės narės priima įstatymus ir kitus teisės aktus, kurie, įsigalioję per 18 mėnesių nuo pranešimo apie šią direktyvą dienos, įgyvendina šią direktyvą, ir apie tai nedelsdamos praneša Komisijai.

2. Valstybės narės pateikia Komisijai šios direktyvos taikymo srityje priimtų nacionalinės teisės aktų pagrindinių nuostatų tekstus.

5 straipsnis

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje, 1973 m. lapkričio 22 d.

Tarybos vardu

Pirmininkas

J. KAMPMANN

PRIEDAS

ANIJONINIŲ PAVIRŠINIO AKTYVUMO MEDŽIAGŲ BIOLOGINIO SKILIMO NUSTATYMAS

PAMATINIS METODAS

1 SKYRIUS

1.1. **Matavimo prietaisai**

Matuojant šiuo metodu naudojamas nedidelis aktyvintas dumblinis augalas, kaip pavaizduota 1 paveiksle ir smulkiau pavaizduota 2 paveiksle.

Įrangą sudaro indas A, skirtas modelinėms nuotekoms laikyti, dozatorius B, aeratorius C, nusodintuvas D, erliftas E, skirtas aktyvintam dumblui perdirbti, ir indas F, skirtas perdirbtam skysčiui surinkti.

Indai A ir F turi būti pagaminti iš stiklo arba tinkamo permatomo plastiko. Jų talpa turi būti ne mažesnė kaip 24 litrai. Siurbliu B modelinės nuotekos nuolat patenka į aeratorių. Šiame inde, atliekant analizę, būna 3 litrai tirpalų mišinio. Lydyto stiklo kubas G, kuriame vyksta aeracija, patalpinamas indo C kūginės dalies viršūnėje. Oro srauto, tekančio per aeratorių, kiekis turi būti matuojamas oro srauto matuokliu.

1.2. **Modelinės nuotekos**

Modelinėms nuotekoms analizei kasdien paruošiama 24 litrai tirpalo naudojant vandentiekio vandenį, kurio kiekviename litre yra šių medžiagų:

160 mg peptono,

110 mg mėsos ekstrakto,

30 mg karbamido,

7 mg natrio chlorido,

4 mg kalcio chlorido (× 2 H_2O),

2 mg magnio sulfato (× 7 H_2O, gali būti su 20 ar mažiau molekulių vandens),

20 ± 2 mg metileno mėlynuoju aktyvintos medžiagos (toliau MBAS).

MBAS ekstrahuojama iš produkto, kuris tiriamas metodu, pateiktu 2 skyriuje (2.1.2). Modelinės nuotekos tyrimui rengiamos kiekvieną dieną.

1.3. **Pavyzdžių paruošimas**

1.3.1. Pagrindiniai produktai, kurių sudėtyje yra tik MBAS, gali būti analizuojami ir pradiniame tirpale. MBAS kiekis turi būti nustatytas, kad būtų galima paruošti bandomąjį tirpalą (M).

1.3.2. Tyrimo metu susidarančiuose produktuose nustatoma MBAS ir muilo kiekis. Jos turi būti nustatomos spiritinės ekstrakcijos būdu pagal toliau nurodytas sąlygas:

1.3.2.1. Ekstrahavimas izopropilo alkoholiu, jeigu pavyzdyje yra mažesnis muilo kiekis, negu MBAS (žr. 2 skyrių).

1.3.2.2. Ekstrahavimas izopropilo alkoholiu ir šarminių medžiagų pašalinimas atliekamas tada, kai pavyzdyje tokių medžiagų yra daugiau negu MBAS (žr. 2 skyrių).

MBAS kiekis abiejuose ekstraktuose turi būti žinomas, kad būtų galima paruošti bandomąjį tirpalą (M).

1.4. **Įrangos veikimas**

Pradėdami naudoti įrangą, pripildykite aeratorių C ir nusodintuvą D modelinių nuotekų. Indas D turi būti tokiame aukštyje, kad inde C tilptų 3 litrai tirpalo. Po to prijunkite aeratorių, erliftą E ir dozatorių B ir juos įjunkite. Modelinės nuotekos turi tekėti per aeratoriaus indą C 1 litro per valandą greičiu; tokiu būdu įranga veiks apie 3 valandas.

Aeravimo greitis turėtų būti reguliuojamas taip, kad tirpalas, esantis inde C, nuolat būtų suspensijos būvio, o ištirpusio deguonies kiekis būtų mažiausiai 2 mg litre. Putodaros turi būti vengiama taikant atitinkamas priemones. Tam tikslui negalima naudoti priešpučių, kurie inhibuoja aktyvintą dumblą arba kuriuose yra MBAS. Erliftas turi būti prijungtas taip, kad aktyvintas dumblas, esantis nusodintuve D, nuolat patektų į aeratorių C ir veikiamas oro srautu. Dumblas, susikaupiantis aeratoriaus C viršuje, nusodintuvo D dugne arba visoje įrangos sistemoje, turi būti bent kartą per dieną grąžinamas atgal į veikiančią sistemą, nuvalant jį šepetėliu arba kitokiais atitinkamais būdais. Jeigu dumblas nenusėda, jo tirštumas gali būti padidintas įdedant 2 ml 5 % geležies chlorido. Prireikus, šią procedūrą galima pakartoti.

Ištekantis iš nusodintuvo D skystis 24 valandas renkamas inde F. Po to, gerai suplakus, iš šio indo paimamas mėginys.

Indas F turi būti gerai išvalomas.

1.5. **Matavimo prietaisų tikrinimas**

Modeliniame tirpale esantis MBAS kiekis (miligramais litre) nustatomas prieš pradedant juos naudoti.

MBAS kiekis (miligramais litre), esantis ištekančiame skystyje, surinktame per 24 valandas inde F, turėtų būti kuo greičiau po jo surinkimo analitiškai nustatomas tuo pačiu metodu. Šiuo metodu nustatoma 0,1 mg viename litre MBAS koncentracija.

Proceso efektyvumui patikrinti cheminis deguonies suvartojimas (COD) filtruoto tirpalo nuosėdose, gaunamose inde A, ir ištekančiame skystyje, susikaupiančiame inde F, matuojamas du kartus per savaitę. COD sumažėjimas išreiškiamas procentais.

COD turėtų mažėti, kai pasiekiamas nuolatinis kasdieninis MBAS skilimas, t. y. tyrimo atlikimo pabaigoje, kaip parodyta 3 paveiksle.

Sausosios medžiagos, esančios aktyvintame dumble, kuris yra aeratoriuje, užsiliepsnojimo sumažėjimas (išreikštas gramais litre) turėtų būti nustatomas du kartus per savaitę. Jeigu jis yra didesnis kaip 2,5 g litre, aktyvinto dumblo perteklius turi būti pašalintas.

Tyrimas atliekamas kambario temperatūroje, kuri turėtų būti pastovi ir nenukristi žemiau 18 °C, ir neturėtų būti didesnė nei 30 °C.

1.6. **Biologinio skilimo skaičiavimas**

MBAS skilimas išreiškiamas procentais ir turi būti skaičiuojamas kiekvieną dieną, remiantis MBAS kiekiu (miligramais litre), nustatytu modeliniame skystyje ir atitinkamame skystyje, surinktame inde F.

Tokiu būdu gauti MBAS skilimo rezultatai turėtų būti išreiškiami grafiškai, kaip parodyta 3 paveiksle (pastaba 1.7.2).

MBAS biologinis skilimas turėtų būti skaičiuojamas kaip aritmetinis vidurkis iš parodymų, gautų per 21 dieną po to, kai MBAS skilimas tampa reguliarus ir dumblinio augalo eksploatacija veikia be sutrikimų. Bet kokiu atveju, augalo aklimatizacijos periodas neturėtų viršyti šešių savaičių.

1.7. **Pastabos**

1.7.1. Kai kuriuose teisės aktuose, skirtuose biologinio skilimo nustatymui, atsižvelgiama į muilinančių medžiagų (muilo) kiekį.

1.7.2. Kai kuriais atvejais gali būti leidžiama sumažinti mėginių ėmimo dažnumą, pavyzdžiui, vienas mėginys kas dvi ar trys dienos, tačiau skaičiuojant vidurkį, per 21 dieną, kaip minėta 1.6 punkte, turėtų būti paimta 14 mėginių.

2 SKYRIUS

IŠANKSTINIS TIRIAMŲ PRODUKTŲ APDOROJIMAS

2.1. Spiritinis ekstraktas

Ekstrahavimo tikslas– pašalinti iš komercinio produkto netirpias ir neorganines medžiagas, kurios kai kuriais atvejais gali iškreipti biologinio skilimo tyrimo rezultatus.

Kiekybinis šių medžiagų pašalinimas nėra būtinas, taip pat nėra būtina ekstrahuoti visą aktyviosios medžiagos kiekį. Tačiau bent 90 % produkte esančių tiriamų medžiagų, aktyvinamų metileno mėlynuoju, turėtų būti sukoncentruojamos gaunamame ekstrakte.

Spiritinio ekstrakto gavimui tinka du metodai, vienas iš jų – naudojant etanolį, o kitas – naudojant izopropilo alkoholį. Ekstrahavimo izopropilo alkoholiu metodas tinka ypač tais atvejais, jei gaunami dideli medžiagos kiekiai, kaip yra reikalaujama atliekant patvirtinamąjį tyrimą.

2.1.1. *Ekstrahavimas etanoliu*

2.1.1.1. Mėginio paruošimas

i) Milteliai

Mėginiui paruošti imama apytiksliai 250 g medžiagos, panaudojant jos ketvirtadalį arba pagal ISO rekomendaciją Nr. 607.

Šis mėginys smulkiai sumalamas buitiniu malimo prietaisu kol susidaro milteliai, kurie neturi dalelių, didesnių kaip 200 mikronų.

Gauti milteliai gerai sumaišomi ir suberiami į tinkamą indą.

ii) Tirpalai

40 g homogenizuotos medžiagos pasveriama 0,1 g tikslumu ir patalpinama į apvaliadugnę kolbą, apibūdintą toliau pateiktame 2.1.1.2 iii) punkte.

Įpilama 50 ml etanolio (2.1.1.2 ii) ir garinama virš vandens vonios iki sauso likučio, lakieji produktai pašalinami siurbimo būdu, kol kelių iš eilės atliekamų svėrimų rezultatų skirtumas bus ne didesnis kaip 0,1 g. Šiam tikslui galima naudoti bet kokias svarstykles, kuriomis galima sverti 0,01 g tikslumu.

2.1.1.2. Etanolio tirpalo paruošimas

i) Principas:

Iš medžiagos reikia ekstrahuoti tokį kiekį etanolio, kurio pakaktų nustatyti muilinančias arba anijonines medžiagas ir atlikti biologinę analizę.

ii) Reagentas:

95 %–96 % etanolis.

iii) Įranga:

Įprasti laboratorijoje naudojami stikliniai indai, visų pirma:

1 litro talpos apvaliadugnė siaurakaklė kolba, turinti 29–32 numerio išorinį šlifą,

400 mm vertikalusis kondensatorius, turintis 29–32 numerio šlifą,

10–20 mikronų presuoto stiklo filtras; 1 litro talpos matavimo kolba.

2.1.1.3. Bandymo eiga

Žinomas (t. y. 40 ± 1 g) medžiagos kiekis (2.1.1.1. i)) įdedamas į 1 litro kolbą, arba naudojama kolba su išdžiovintu ekstraktu, kaip nurodyta 2.1.1.1. ii).

Įpilkite 500 ml etanolio (2.1.1.1. ii)), prijunkite grįžtamąjį kondensatorių ir leiskite 15 minučių skysčiui ekstrahuotis ir tekėti atgal į kolbą. Po to nupilkite skysčio sluoksnį ir filtruokite karštą tirpalą per presuoto stiklo filtrą, panaudodami siurblį. Pakartokite šią operaciją du kartus, kiekvieną kartą sunaudodami 200 ml etanolio. Surinkite ekstraktus ir visą kiekį leiskite per filtrą į graduotą kolbą, po to įpilkite etilo alkoholio iki 1 litro žymos ir gerai sumaišykite.

2.1.2. *Izopropilo alkoholio ekstraktas*

Kiekis, reikalingas gauti apie 50 g MBAS, apskaičiuojamas iš MBAS kiekio, esančio komerciniame preparate. Šio kiekio pakanka dviems patvirtinamiesiems tyrimams.

2.1.2.1. Įranga

Pagal operacijos mastelį:

indai: 3–25 litrų talpos kolbos, t. y. ilgakaklės kolbos arba emaliuoti indai,

maišyklės: didelių apsisukimų maišyklė, įvairių tipų maišyklės,

vakuuminiai piltuvai (Biuchnerio). Iki 30 cm skersmens,

vakuuminės kolbos: iki 20 litrų talpos,

dalijamieji piltuvai: iki 20 litrų talpos,

distiliavimo kolbos: iki 10 litrų talpos,

rinktuvai: iki 10 litrų talpos,

porcelianiniai padėklai: apie 20 cm skersmens,

distiliavimo kolonėlės, garų kondensatoriai, vandens vonios.

2.1.2.2. Reagentai:

distiliuotas arba demineralizuotas vanduo,

grynas izopropilo alkoholis,

chemiškai grynas kalio karbonatas (K_2CO_3),

kalio šarmas (KOH), 10 % tirpalas,

natrio sulfitas (Na_2SO_3), grynas, bevandenis.

2.1.2.3. Darbo eiga

i) Parengiamieji darbai

Kieti komerciniai preparatai: išmaišyti distiliuotame vandenyje (2.1.2.4. i) iki skystų klijų konsistencijos, siekiant suardyti bet kokią stambesnę erdvinę preparato struktūrą (rekomenduojama maišyti 10 minučių). Kiekvienam 100 g vandens sunaudoti 60 g natrio karbonato, maišyti (10 minučių), kol jis ištirps.

Skysti ar pusiau skysti komerciniai preparatai: juos ruošti panašiu būdu, kaip ir sausus preparatus. Apskaičiuojamoji skystoji vandens vonioje išgarinta frakcija, kuri buvo nustatyta per parengiamąjį tyrimą naudojant 10 g medžiagos, laikoma vandens kiekiu, net jei yra dar likę lakiojo organinio tirpiklio. Įdedamo kalio karbonato kiekis priklausys nuo vandens kiekio, kuris nustatomas kaip nurodyta pirmiau.

Rūgštinės suspensijos arba tirpalai: neutralizuojami 10 % kalio šarmo tirpalu prieš dedant kalio karbonatą.

Komerciniai preparatai, turintys chloro: chloro kiekis sumažinamas prieš neutralizavimą į vandeninę suspensiją arba tirpalą įdedant natrio sulfito. Natrio sulfito perteklius nėra kenksmingas.

ii) Ekstrahavimas

Įdėkite izopropilo alkoholio, maišykite mišinį 30 minučių ir filtruokite vakuuminiu būdu. Nedideliu kiekiu izopropilo alkoholio pakartotinai perliekite nuosėdas, likusias ant filtro po filtravimo. Gautas filtratas, kurio bet kuriuo atveju turi būti du sluoksniai vakuuminėje kolboje, turi būti skalaujamas izopropilo alkoholiu dalijamajame piltuve. Nupilkite apatinį sluoksnį ir jo nenaudokite; viršutinį izopropilo alkoholio sluoksnį filtruokite per lankstytąjį filtrą į distiliavimo kolbą ir gautą tirpalą kuo geriau distiliuokite vandens vonioje (2.1.2.4. iii)). Perkelkite visas nuosėdas, likusias po destiliavimo, į porcelianinį indą, nuplaudami jas izopropilo alkoholiu, po to supilkite visas izopropilo alkoholio frakcijas į kolbą ir dažnai maišydami tirpalą vandens vonioje gaukite jo koncentratą. Tęskite tirpalo koncentravimo procesą, kol du iš eilės vienos valandos laikotarpiu atlikti svėrimai skirsis mažiau negu 10 g. Ištirpinkite gautą sukoncentruotą ekstraktą vandenyje kolboje, esančioje vandens vonioje, ir nustatykite MBAS kiekį gautame tirpale.

Tada:

$$\frac{\text{MBAS kiekis ekstrakte, g}}{\text{MBAS kiekis komerciniame preparate, g}} \times 100 = \text{MBAS ekstrahavimo išeiga \%}$$

2.1.2.4. Pastabos

Atliekant ekstrahavimą reikėtų atsižvelgti į šiuos dalykus:

i) komercinių preparatų įvairovė yra tokia didelė, kad nėra įmanoma tiksliai apibrėžti optimalias santykines vandens ir izopropilo alkoholio proporcijas, kurias reikia naudoti tiriant konkretų produktą, kadangi kiekvienu atveju tokios proporcijos gali skirtis. Tačiau patirtis parodė, kad reikalingi kiekiai paprastai kinta esant tam tikroms riboms:

Komercinis preparatas (svorio dalys)	:	Vanduo (tūrio dalys)	:	Izopropilo alkoholis (tūrio dalys)
1		0,5—2		1—2,5

Teoriškai viršutinių vandens ir izopropilo alkoholio kiekio ribų nėra nustatyta.

Kuo daugiau medžiagos susikaupia suspensijoje, tuo daugiau reikia vandens; vanduo turėtų būti pilamas tol, kol maišant ant indo dugno lieka nuosėdos.

Praktiškai, sunaudoto izopropilo alkoholio kiekis neturėtų būti mažesnis už toliau nurodytus kiekius:

Komercinis preparatas: Izopropilo alkoholis = 1: 1.

Didesnis izopropilo alkoholio kiekis reikalingas tuo atveju, kai MBAS kiekis komerciniame preparate yra daug didesnis nei 10 % arba kai, maišant tirpalą, vyksta greitas izopropilo alkoholio ir vandens sluoksnių atsiskyrimas;

ii) vandeninis sluoksnis turėtų būti prisotintas kalio karbonatu; nedidelis kalio karbonato kiekis nemaišo analizei. Jei kalio karbonato koncentracija yra per daug maža, tuo atveju neatsiskiria izopropilo alkoholio ir vandens sluoksniai arba izoropanolo sluoksnis lieka per daug prisotintas vandens; abiem atvejais blogai vyksta ekstrahavimas;

iii) izopropilo alkoholio sluoksnis turi vandens ir turėtų būti prisotintas kalio karbonato. Tokiu atveju apatinis sluoksnis, kuris po prisotinimo atsiskiria, turi būti nenaudojamas. Likęs izopropilo alkoholis toliau gali būti naudojamas iš naujo atliekamam ekstrahavimui. Distiliatai, gauti tiriant skystus komercinius preparatus, turėtų būti nenaudojami, tačiau kiti tirpikliai gali būti paliekami.

2.2. **Šarminių medžiagų (muilo) atskyrimas iš izopropilo alkoholio ekstrakto**

MBAS biologinio skilimo tyrimo rezultatus gali iškreipti net izopropilo alkoholio ekstrakto (IPA) naudojimas. Būdingos MBAS skilimo kreivės kartais gali būti panašios į blogai skylančio TBS kreives. Prieš pradedant MBAS skilimo analizę yra būtina iš alkoholio ekstrakto pašalinti muilinančias medžiagas, iškreipiančias rezultatus.

Pateikti paaiškinimai skirti saugiai pašalinti pakankamai didelius muilinančių medžiagų kiekius iš IPA ekstrakto. Gautas ekstraktas yra naudojamas tik MBAS skilimo tyrimui ir neturi būti naudojamas kitokiems analitiniams darbams bei kitokiems ekstraktams gauti.

2.2.1. *Muilinančių medžiagų atskyrimas*

Pakankamas izopropilo alkoholio ekstrakto kiekis, kuriame būtų mažiausiai 25 g MBAS, ištirpinamas metilo alkoholyje. Gautas tirpalas parūgštinamas druskos rūgštimi, kad iš muilų išsiskirtų riebiosios rūgštys. Įdėjus distiliuoto vandens santykiu 80:20 (metilo alkoholis/vanduo), riebiosios rūgštys ekstrahuojamos petroleteriu ir šis ekstraktas nenaudojamas. Vandens ir metilo alkoholio sluoksnis vėl pašarminamas ir išgarinamas.

Gauta sausoji medžiaga tiesiogiai naudojama MBAS biologinio skilimo nustatymui, prieš tai nustačius joje MBAS kiekį.

2.2.2. *Darbo eiga*

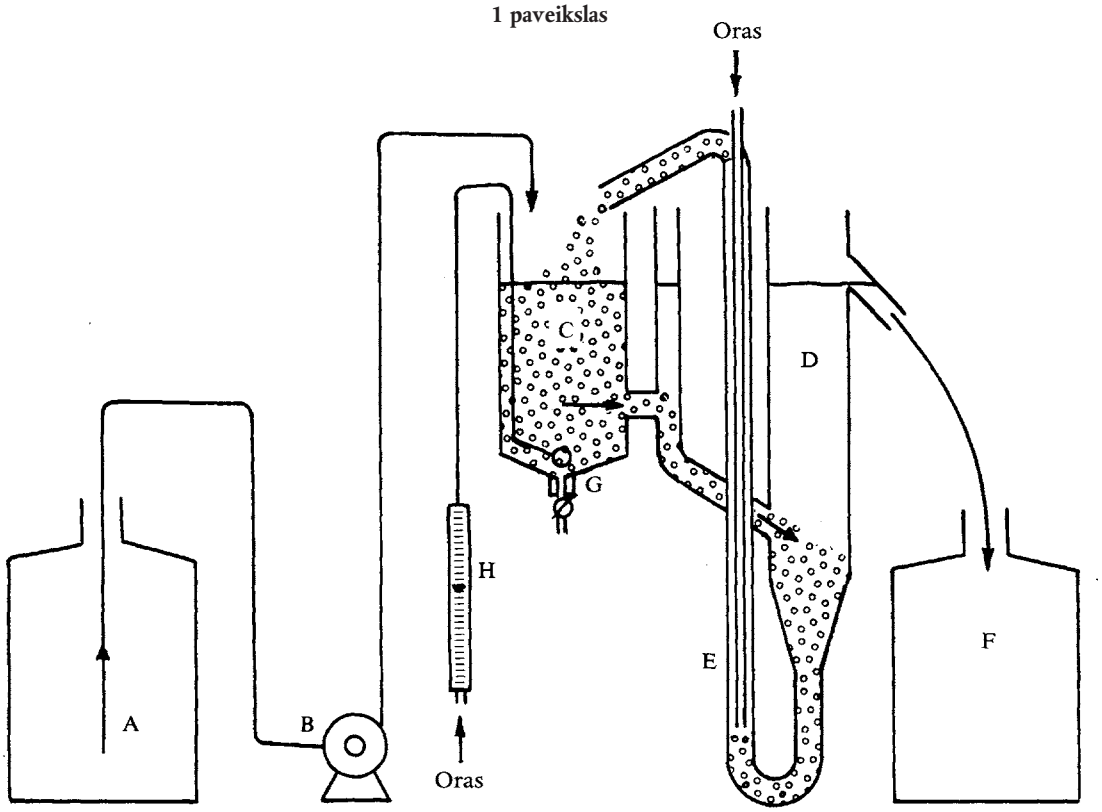
2 litrų talpos Erlenmejerio kolboje, kurioje įpilta apie 100 ml metilo alkoholio, ištirpinkite tokį izopropilo alkoholio ekstrakto tūrį, kuriame būtų mažiausiai 30 g MBAS. Įpylę iš viso 800 ml metilo alkoholio, įlašinkite 5–10 lašų 0,04 % bromfenolio mėlynojo ir titruokite tirpalą 2N druskos rūgštimi iki pH = 3 (t. y. kol pageltonuos). Atsižvelgdami į įpiltos druskos rūgšties kiekį, pripilkite distiliuoto vandens iki 1 litro padalos. Bromfenolio mėlynasis tirpalas: 0,4 g bromfenolio mėlynasis ištirpinamas 200 ml 96 % etilo alkoholio ir įpilama distiliuoto vandens iki 1 litro padalos.

Riebiosioms rūgštims ekstrahuoti suplakite gautą tirpalą atitinkamo dydžio dalijamajame piltuve – vieną kartą su 300 ml ir du kartus su 200 ml n-heksano. Prireikus ekstrahavimas gali būti atliekamas naudojant kelis mažus dalijamuosius piltuvus. Jeigu susidarys drumstas tarpinis sluoksnis, minėti tirpalai pilami: atliekant du pirmuosius ekstrahavimus – į apatinį sluoksnį, ekstrahuojant paskutinį kartą – į viršutinį sluoksnį. Jeigu vidutinio tirpalo tūrio nepakanka medžiagai ištirpinti ir ekstrahuoti, pavyzdžiui, esant labai dideliam šarminių medžiagų (muilų) kiekiui, atitinkamai padidinamas ekstrahavimų skaičius.

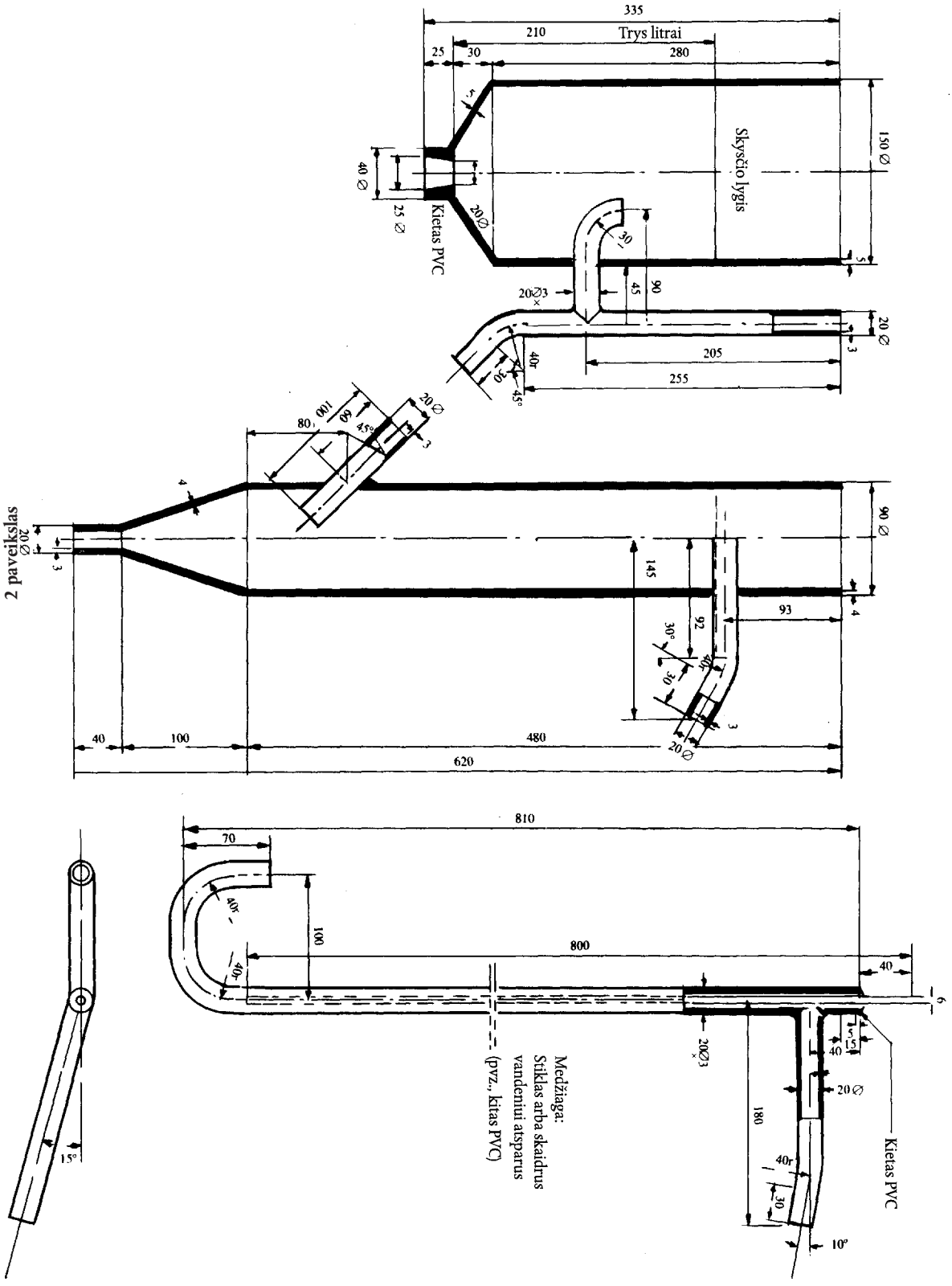
Surinkite visas gautas n-heksano frakcijas ir išplaukite jas 200 ml metilo alkoholio ir vandens tirpalu (80:20). Drumstas tarpinis sluoksnis, kurį reikia atmesti, susidaro n-heksano fazėje.

Surinkite metilo alkoholio ir vandens frakcijas ir titruokite jas 1N natrio hidrochloridu iki pH = 9, įlašinę kelis lašus fenolftaleino. Koncentruokite gautą tirpalą virš vandens vonios tol, kol metilo alkoholis išgaruos ir dar kartą praskieskite gautą koncentratą destiliuotu vandeniu virš vandens vonios. Po to nustatomas gauto tirpalo MBAS kiekis metodais, aprašytais anksčiau.

1 paveikslas



A. Indas
B. Dozatorius
C. Aeratoriaus indas (3 litrų talpos)
D. Nusodintuvas
E. Erliftas
F. Rinktuvas
G. Aeratorius
H. Oro srauto matuoklis


335
210
Trys litrai
25
30
280
Skysčio lygis
150 Ø
40 Ø
25 Ø
Kietas PVC
20Ø
30°
20Ø3
45
90
20 Ø
205
255
40r
30
45°
2 paveikslas
20 Ø
80
100
60
45°
90 Ø
145
93
92
30°
40r
30
40
100
480
620
810
70
40r
100
800
40
6
Medžiaga:
Stiklas arba skaidrus
vandeniui atsparus
(pvz., kitas PVC)
20Ø3
5
40
20 Ø
180
40r
30
Kietas PVC
10°
15°

3 paveikslas

Biologinio skilimo apskaičiavimas

Patvirtinamasis tyrimas

