31973L0405

ID-DIRETTIVA TAL-KUNSILL
tat-22 ta' Novembru 1973
fuq l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri dwar il-metodi ta' l-ittestjar tal-bijodegradabilità ta' surfactants anjoniċi.

(73/405/KEE)

IL-KUNSILL TAL-KOMUNITA' EWROPEA,

Wara li kunsidra t-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea, u partikolarment l-Artikolu 100 tiegħu;

Wara li kunsidra d-Direttiva tal-Kunsill tat-22 ta' Novembru 1973 [1] fuq l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri dwar id-diterġenti, u b'mod partikulari l-Artikolu 4 tiegħu;

Wara li kunsidra l-proposta tal-Kummissjoni;

Wara li kunsidra l-opinjoni tal-Parlament Ewropew [2];

Wara li kunsidra l-opinjoni tal-Kumitat Ekonomika u Soċjali [3];

Billi, sabiex ikun possibbli għall-Istati Membri li jistabbilixxu l-livell ta' bjodegradabilità tas-*surfactant* anjoniku, huwa rakkomandabbli li jintużaw metodi ta' l-ittestjar li jkunu diġa qed jintużaw għal dan l-iskop f'ċerti Stati Membri; billi, madankollu, il-bijodegradabilità trid tiġi ttestjata b'metodu komuni f'każ ta' tilwima;

Billi għal dak li jikkonċerna l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri dwar id-diterġenti, jridu jiġu determinati tolleranzi xierqa sabiex titkejjel il-bijodegradabilità hekk kif previst bl-istess mod fl-Artikolu 4 tad-Direttiva tal-Kunsill tat-22 ta' Novembru 1973, sabiex tiġi kunsidrata n-nuqqas ta' kredibilità tal-metodi ta' l-ittestjar li jistgħu iwasslu sabiex deċiżjonijiet ta' rifjut ikollhom konsegwenzi ekonomiċi importanti u billi deċiżjoni ta' rifjut trid għalhekk tittieħed biss jekk analiżi turi livell ta' bijodegradabilità ta' anqas minn 80 %,

ADOTTA DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

Din id-Direttiva tikkonċerna l-metodi ta' l-ittestjar tal-bijodegradabilità tas-*surfactant* anjoniku,

Artikolu 2

Skond id-dispożizzjonijiet ta' l-Artikolu 4 tad- Direttiva tal-Kunsill tat-22 ta' Novembru 1973, filwaqt illi tittieħed dovuta kunsiderazzjoni tan-nuqqas ta' kredibbiltà tal-metodi ta' l-ittestjar, l-Istati Membri jridu jipprojbixxu t-tpoġġija fis-suq u l-użu fuq it-territorju tagħhom ta' diterġent jekk il-livell tal-bijodegradabilità ta' dan id-diterġent hu anqas minn 80 %, determinati f'analiżi waħda skond wieħed mill-metodi li ġejjin:

— il-metodu wżat fi Franza, approvat b'digriet tal-11 ta' Diċembru 1970, ippubblikat fil-"Journal Officiel de la République francaise" Numru 3 tal-5 ta' Jannar 1971, u b'livell sperimentali T 73-260 Frar 1971, ippubblikat mill-"Association francaise de normalisation" (AFNGR);

— il-metodu wżat mir-Repubblika Federali tal-Ġermanja, bl-approvazzjoni tal- "Verordnung über die Abbaubarkeit von Detergentien in Wasch- und Reinigungsmitteln" tal-1 ta' Diċembru 1962, ippubblikat fil-Bundesgesetzblatt, l-Ewwel Parti, paġna 698,

— il-metodu tal-OECD, ippubblikat fir-rapport tekniku tal-OECD tad-29 ta' Diċembru 1970 fuq id-"Determinazzjoni tal-Bijodegradabilità ta' l-aġenti attivi anjoniċi sintetiċi tal-wiċċ".

Artikolu 3

Skond il-proċedura stabbilita fl-Artikolu 5(2) tad-Direttiva tal-Kunsill tat-22 ta' Novembru 1973, l-opinjoni tal-laboratorju fuq sustanzi anjoniċi li jnaqqsu s-*surfactant* trid tkun ibbażatafuq

(1) Ara paġna 51 ta' dan il-Ġurnal Uffiċjali.
(2) ĠU C 10, tal-5.2.1972, p. 29.
(3) ĠU C 89, tat-23.8.1972, p. 13.

il-"Proċedura tat-test ta' konferma" bil-metodu tal-OECD, deskritta fl-Anness ta' din id-Direttiva.

Artikolu 4

1. L-Istati Membri għandhom iġibu fis-seħħ il-miżuri legali, statutorji u amministrattivi neċessarji sabiex tiġi konformi ma' din id-Direttiva fi żmien tmintax il-xahar min-notifika tagħha u għandhom jinfurmaw b'dan minnufih lill-Kummissjoni.

2. L-Istati Membri għandhom jassiguraw illi l-Kummissjoni għandha tiġi informata bit-test tad-dispożizzjonijiet prinċipali tal-liġi ċittadina li huma japplikaw fl-oqsma koperti minn din id-Direttiva.

Artikolu 5

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmul fi Brussel it-22 ta' Novembru 1973.

F'isem il-Kunsill

Il-President

J. KAMPMANN

L-ANNESS

DETERMINAZZJONI TAL-BIJODEGRADABILITÀ TAS- SURFACTANTS ANJONIĊI

METODU TA' RIFERENZA

KAPITLU I

1.1. **Tagħmir bżonnjuż għall-kejl.**

Il-metodu tal-kejl juża l-impjant żgħir attivat ta' l-iskart likwidu muri fil-figura 1 u f'aktar dettal fil-figura 2.

It-tagħmir jikkonsisti f'reċipjent tal-ħażna A għad-drenaġġ sintetiku, pompa sabiex tkejjel id-doża B, reċipjent ta' arjazzjoni Ċ, reċipjent għas-sediment D, pompa li timbotta l-arja E sabiex jiġi riċiklat l-iskart likwidu attivat, u reċipjent F biex jinġabar l-iskart trattat.

Ir-reċipjenti A u F iridu jkunu tal-ħġieġ jew plastik trasparenti adattat u jesgħu mill-anqas 24 litri. Il-Pompa B trid tipprovdi ġiri kostanti ta' drenaġġ sintetiku għal ġewwa r-reċipjent ta' arjazzjoni; waqt it-tħaddim normali dan ir-reċipjent ikun fih 3 litri ta' spirti mħallta. Kubu ta'arjazzjoni magħqud Ġ jiġi mdendel fir-reċipjent Ċ fil-quċċata tal-kon. Il-kwantità ta' arja minfuħa ġewwa l-arjatur trid tiġi imkejjla permezz ta' meter li jkejjel il-ġiri ta' l-arja.

1.2. **Drenaġġ sintetiku**

Għat-test jiġi mħaddem drenaġġ sintetiku billi jiġu preparati 24 litru (kuljum) ta' soluzzjoni li jkunu jinsabu f'kull litru ta' ilma tal-vit, is-sustanzi li ġejjin:

160 mg peptun,
110 mg estratt tal-laħam,
30 mg urea,
7 mg melħ komuni tal-mejda,
4 mg kloru tal-kalċju, 2 H_2O,
2 mg sulfat tal-manjesju, 7 H_2O, u
20 ± 2 mg sustanza attiva tal-metilin blu (MBAS).

L-MBAS tiġi estratta mill-Prodotti li jridu jiġu testjati bil-metodu mogħti fil-Kapitolu 2 (2.1.2). Id-drenaġġ sintetiku huwa ippreparat frisk kuljum.

1.3. **Preparazzjoni tal-kampjuni**

1.3.1. Prodotti bażiċi li jkunu jinsabu biss fl- MBAS jistgħu jiġu eżaminati fl-istat ta' l-oriġini. Il-kontenut tal-MBAS irid jiġi determinat sabiex jiġu preparati s-soluzzjonijiet tat-test (M).

1.3.2. Prodotti formulati jiġu analiżżati għall-MBAS u l-kontenut ta' sapun. Iridu jiġu soġġettati għal estrazzjoni alkoħolika skond il-kundizzjonijiet li ġejjin:

1.3.2.1. Estrazzjoni Isopropanol, jekk il-kampjun ikun fih anqas sapun mill-MBAS (ara Kapitolu 2).

1.3.2.2. Estrazzjoni Isopropanol u tneħħija tas-sapun, jekk il-kampjun ikun fih aktar sapun mill- MBAS (ara Kapitolu 2).

Il-kontenut ta' l-MBAS taż-żewġ estratti jrid ikun magħruf sabiex jiġu preparatis-soluzzjonijiet tat-test (M).

1.4 **It-tħaddim tat-tagħmir**

Fil-bidu, imla r-reċipjent ta' arjazzjoni Ċ u r-reċipjent għas-sediment D bi drenaġġ sintetiku. L-għoli tar-reċipjent D irid ikun imqiegħed b'mod illi l-volum li jkun jinsab fir-reċipjent ta' arjazzjoni Ċ ikun ta' 3 litri. Imbagħad ħaddem l-arjatur, il-pompa li timbotta l-arja E u l-apparat li jkejjel B. Id-drenaġġ sintetiku jrid jgħaddi minn ġewwa r-reċipjent ta' arjazzjoni Ċ bir-rata ta' litru kull siegħa; dan jagħti ħin ta' żamma medja ta' 3 sigħat.

Ir-rata ta "arjazzjoni trid tkun regolata sabiex il-kontenut ġewwa r-reċipjent Ċ jinżamm kontinwament sospiż waqt li l-kontenut ta' l-ossiġenu mxerred huwa ta' mill-anqas 2 mg/litru. Għandhom jintużaw mezzi xierqa sabiex ma" jippermettux li tiġi furmata r-ragħwa. M'għandhomx jintużaw aġenti ta' kontra r-ragħwa li jfixklu l-iskart attivat jew li jkunu jinsabu fl-MBAS. Il-pompa li timbotta l-arja E trid tkun imqiegħda b'mod illi l-iskart attivat mir-reċipjent tas-sediment ikun riċiklat kontinwament u regolarment għal ġewwa r-reċipjent ta' arjazzjoni Ċ. Skart li jkun akkumula madwar il-parti ta' fuqnett tar-reċipjent ta' arjazzjoni Ċ, fil-qiegħ tar-reċipjent tas-sediment D, jew fiċ-ċirkuwitu ta' ċirkolazzjoni għandu jerġa jiġi mixħut fiċ-ċirkolazzjoni mill-anqas darba kuljum billi jiġi xkupat jew b'xi mezz ieħor xieraq. Meta l-iskart jonqos milli joqgħod, id-densità tiegħu tista tiġi miżjuda biż-żieda ta' porzjonijiet ta' 2ml ta' soluzzjoni ta' 5 % ta' klorur tal-ħadid, u ripetuta kemm hemm bżonn.

L-iskart mir-reċipjent tas-sediment D jiġi akkumulat ġewwa reċipjent F għal 24 siegħa, u, wara dan, jiġi meħud kampjun wara li jkun ġie mħallat bl-akbar reqqa.

Ir-reċipjent F irid jiġi mnaddaf b'attenzjoni kbira.

1.5. **Iċċekkjar tat-tagħmir tal-kejl**

Il-kontenut tal-MBAS (f'mg/litru) tad-drenaġġ sintetiku jiġi determinat eżatt qabel l-użu.

Il-kontenut tal-MBAS (f'mg/litru) ta' l-iskart miġbur matul 24 siegħa ġewwa r-reċipjent F għandu jiġi determinat b'mod analitiku bl-istess metodu, kemm jista jkun malajr wara li jingħabar. Il-konċentrazzjoni trid tiġi determinata sa l-anqas 0 71 mg MBAS/1.

Bħala kontroll fuq l-effiċjenza tal-proċess is-COD tad-drenaġġ sintetiku iffiltrat ġewwa r-reċipjent A jiġi mkejjel mill-anqas darbtejn fil-ġimgħa, kif ukoll dak tal-filtrat ta' l-iskart akkumulat ġewwa r-reċipjent F. It-tnaqqis fis-COD jiġi espress bħala perċentwali.

It-tnaqqis fis-COD għandu jillivella ruħu meta tinkiseb degradazzjoni regolari ta' l-MBAS bejn wieħed u ieħor darba kuljum, i.e. fl-aħħar tal-perijodu ta' running-in muri f'Figura 3.

It-telf mat-tqabbid tas-sustanza niexfa fl-iskart attivat ġewwa t-tank ta' arjazzjoni jrid jiġi determinat darbtejn fil-ġimgħa (fi g/litru). Jekk huwa aktar minn 2 75 g/l, l-iskart attivat żejjed irid jiġi mwarrab.

It-test jiġi mwettaq f "temperatura ambjentali; din trid tkun kostanti u ma għandha qatt tinżel taħt it-18 jew titla" aktar minn 30 gradi Celsius.

1.6. **Kalkolu tal-bijodegradabilità**

Il-perċentwali ta' degradazzjoni tal-MBAS trid tiġi kalkulata kuljum fuq il-bażi tal-kontenut tal-MBAS f'mg/litru tad-drenaġġ sintetiku u l-iskart korrispondenti li jkun akkumula ġewwa r-reċipjent F.

Il-figuri ta' degradabilità hekk miksuba jridu jiġu murija b'mod grafiku bħal fil-Figura 3 (Nota 1.7.2).

Id-degradabilità tal-MBAS trid tiġi kalkulata bħala l-medja aritmetika tal-figuri miksuba matul il-21 ġurnata ta' wara l-perjodu tar-*running-in*, matul liema perjodu d-degradazzjoni trid tkun regolari u t-tħaddim ta' l-impjant mingħajr inkwiet. Fi kwalunkwe każ it-tul tal-perjodu ta' akklimatazzjoni m "għandhiex teċċedi sitt ġimgħat."

1.7. **Noti**

1.7.1. Ċerti liġijiet jikkunsidraw il-kontenut tas-sapun biex tiġi stabbilita l-bijodegradabilità.

1.7.2. F "ċerti każi jista" jkun permess illi titnaqqas il-frekwenza tat-teħid tal-kampjuni għal, per eżempju, kampjun wieħed kull jumejn jew tliet ijiem, imma mill-anqas 14 il-riżultat miġbura matul il-21 ġurnata msemmija fil-paragrafu 1.6 għandhom jintużaw sabiex tiġi ikkakolata l-medja.

KAPITLU II

TRATTAMENT PRELIMINARI TAL-PRODOTTI LI JRIDU JIĠU TESTJATI

2.1. **Estratt alkoħoliku**

L-iskop ta' l-estrazzjoni huwa sabiex jiġu eliminati l-ingredjenti li ma jinħallux u li m'humiex organiċi tal-prodott kummerċjali, li f'ċerti ċirkustanzi jistgħu jħawdu t-test ta' degradazzjoni.

Eliminazzjoni kwantitattiva ta' dawn l-ingredjenti m'hix neċessarja, l-anqas hija l-estrazzjoni kwantitattiva ta' l-ingredjenti attivi. Madankollu, mill-anqas 90 % ta' l-ingredjenti attivi tal-metilin blu tal-prodott li jrid jiġi ittestjat iridu jkunu konċentrati fl-estratt.

Żewġ metodi huma adatti sabiex wieħed jagħmel estratti alkoħoliċi, wieħed bl-użu ta' l-ethanol u l-ieħor bl-użu ta' l-isopropanol.

Il-metodu ta' l-isopropanol huwa partikolarment xieraq meta jkunu involuti kwantitajiet kbar ta' materjal, hekk kif mitlub għat-test ta' konferma.

2.1.1. *Estratt ta' l-Ethanol*

2.1.1.1. Preparazzjoni tal-kampjun

(i) Trab

Ipprepara kampjun ta' madwar 250 g, jew b'diviżjoni jew skond ir-Rakkomandazzjoni ISO Nru. 607.

Ithan dan il-kampjun ġewwa mitħna tad-dar tat-tip bl-iskrun sakemm it-trab li joħroġ ma jkunx fih frak aktar minn 200 mikroni.

Ħallat it-trab sewwa u ittrasferih f'reċipjent xieraq.

(ii) Likwidi

Iżen, sa 0 71 g, madwar 40 g tas-sustanza omoġenizzata u qiegħed fil-flixkun bil-qiegħ tond deskritt f'2.1.1.1 (iii) hawn taħt.

Żid 50ml ta' ethanol (2.1.1.2) (ii) u ħallih jevapora sakemm jinxef fuq banjumarija, fl-istess ħin tneħħi l-prodotti volatili bi ġbid ta' l-arja, sakemm żewġ qisien konsekuttivi jvarjawb'mhux aktar minn 0 71 g. Jista jintuża kull miżien adattat li jkun jiżen sa 0 701 g.

2.1.1.2. Tħejjija tas-soluzzjoni tal-ethanol

(i) Prinċipju:

Estrazzjoni ta' l-ethanol li tkun biżżejjed sabiex tistabbilixxi l-kontenut ta' sapun jew anjoniċi oħrajn, u għall-analiżi bijoloġika.

(ii) Reaġent:

95 % sa 96 % ethanol.

(iii) Apparat:

Tagħmir tas-soltu tal-laboratorju, li jinkludi speċifikament:

1 l flixkun bl-għonq qasir, bil-qiegħ tond, bi 29-32 female ground konġunt;

400 mm condenser vertikali, bi 29-32 male ground konġunt;

filtru tal-ħġieġ magħmul minn trab mgħaqqad f'materjal solidu bis-sħana ta'10-20 mikroni, flixkun ta' litru immarkat b'unitajiet ta' kejl.

2.1.1.3. Il-proċedura

Qiegħed piż magħruf E (i.e. 40 g ± 1 g) tas-sustanza (2.1.1.1 (i)) ġewwa l-flixkun ta' litru, jew uża l-flixkun li jkun fih l-estratt niexef ippreparat bħal fi 2.1.1.1 (ii).

Żid 500ml ta' ethanol (2.1.1.2 (ii)) qabbad il-kondenser u ħalli jitgħalla permezz ta' reflux għal 15-il minuta. Imbagħad ferra' s-saff likwidu u filtrah jaħraq minn ġewwa l-ħġieg, magħmul minn trab mgħaqqad f'materjal solidu bis-sħana, permezz ta' ġbid ta' l-arja. Irrepeti dan il-proċess darbtejn fuq il-fdal li jkun hemm ġewwa l-flixkun, bl-użu ta' 200 ml ethanol kull darba. Iġbor l-estratt u iffiltra d-depożiti b'mod kwantitattiv fil-flixkun immarkat b'unitajiet ta' kejl, imla sa litru bl-ethanol u ħawwad sewwa.

2.1.2. *Estratt ta' l-Isopropanol*

Mill-kontenut tal-MBAS tal-prodott kummerċjali jiġi kalkulat l-ammont li hemm bżonn sabiex jagħti kontenut tal-MBAS ta' madwar 50 g fl-estratt. Dan l-ammont huwa biżżejjed għal żewġ testijiet ta' konferma.

2.1.2.1. L-Apparat

Skond l-iskala ta' l-operazzjoni:

Reċipjenti: Jesgħu 3-25 l, eż. flixkun b'għonq twil jew reċipjent ta' l-enamel.

Oġġetti li jħawwdu: Oġġett li jħawwad b'mod mgħaġġel tat-tip qoffa jew boċċa.

Filtri li jiġbdu l-arja (Büchner). B'dijametru sa 30 cm.

Termosijiet: Li jesgħu sa 20 litru.

Lembut li jisseparaw: Li jesgħu sa 20 litru.

Flixken ta' distillazzjoni: Li jesgħu sa 10 litri.

Riċevituri: Li jesgħu sa 10 litri.

Dixxijiet tal-porċellana: Ta' madwar 20-cm dijametru.

Kolonni ta' distillazzjoni, condensers, banji-marija.

2.1.2.2. Ir-Reaġenti

Ilma distillat jew ilma demineraliżżat.

Isopropanol, pur.

Karbonat tal-potassju (K_2C0_3), Pur kemikament.

Potassju kawstiku (KOH), soluzzjoni ta' 10 fil-mija.

Sulfit tas-sodju (Na_2SO_3), pur, anidru.

2.1.2.3. Proċedura

(i) Trattament preliminari

Prodotti kummerċjali solidi: ħallat ma' ilma distillat (2.1.2.4 (i)) sakemm tifforma taħlita rqiqa, sabiex tfarrak kull struttura f'sura ta' partikoli separati li tista tkun preżenti (ħawwad għal 10 minuti). Żid 60 g karbonat tal-potassju għal kull 100 g ta' ilma wżat u kompli ħawwad (10 minuti) sakemm idub.

Prodotti kummerċjali likwidi u semi-likwidi. Itratta essenzjalment bl-istess mod bħal dawk solidi. Il-parti likwida li tkun intilfet waqt l-inxif fuq il-banjumarija, hekk kif determinata minn test preliminari fuq madwar 10 g tas-sustanza, għandha tittieħed bħala l- kontenut ta' l-ilma, anki meta jkun għad hemm solventi organiċi volatili. Il-kwantità ta' karbonat tal-potassju miżjuda tkun tiddependi mill-kontenut ta' l-ilma determinat skond hawn fuq. Sospensjonijiet jew soluzzjonijiet aċiduži Innewtralizza bl-10 % tas-soluzzjoni tal-potassju kawstiku qabel ma' żżid il-karbonat tal-Potassju.

Prodotti kummerċjali li jkollhom disponibbli l-kloru: naqqas billi żżid sulfit tas-sodju mas-sospensjoni jew soluzzjoni ta' l- ilma qabel in-newtralizzazzjoni. Eċċess ta' sulfit tas-sodju ma' jagħmilx ħsara.

(ii) Estrazzjoni

Żid l-Isopropanol, ħawwad it-taħlita għal 30 minuta u ffiltra permezz ta' ġbid ta' l-arja. Aħsel ripetutatment il-fdal li jibqa' fuq il-filtru tal-ġbid ta' l-arja bi kwantitajiet żgħar ta' isopropanol. Il-filtrat, li f'kull każ irid jissepara ruħu f'żewġ faxex ġewwa t-termos, irid jiġi mlaħlaħ bl-isopropanol għal ġewwa lembut li jissepara. Battal is-saff t'isfel ta' ilma u armih; iffiltra is-saff ta' fuq ta' l-isopropanol minn ġewwa filtru forma ta' tazza ta' l-inbid għal ġewwa flixkun ta' distillazzjoni u mbagħad ippurifikah fuq banjumarija kompletament kemm jista jkun (2.1.2.4 (iii)). Ittrasferixxi b'mod kwantitattiv il-fdal tad-distillazzjoni ġewwa dixx tal-porċellana billi taħsel bl-isopropanol u mbagħad ikkonċentra l-kontenut fuq banjumarija billi thawwad spiss. Kompli bil-proċess ta' konċentrazzjoni sakemm żewġ qisien konsekuttivi meħudin f'intervall ta' siegħa jvarjaw b'inqas minn 10 g. Ħoll l-estratt fl-ilma fuq il-banjumarija w iddetermina l-kontenut ta' l-MBAS f'din is-soluzzjoni.

Imbagħad:

$$\frac{\text{g MBAS fl – estratt tas – soluzzjoni}}{\text{g MBAS fil – prodott kummerċjali}} \times 100 = \text{\% MBAS tal – produzzjoni mill – estrazzjoni}$$

2.1.2.4. Rimarki

Dan li ġej irid jinżamm fil-moħħ meta tkun qed tiġi mwettqa l-estrazzjoni:

(i) Id-diversità ta' preparazzjonijiet kummerċjali hija sal-grad illi ma jkunx possibbli li jiġu speċifikati l-aħjar proporzjonijiet relattivi ta' ilma u isopropanol li għandhom jiġu wżati sabiex jiġi ittesjat prodott speċifiku, għaliex din tvarja minn każ għal każ. Madankollu, l-esperjenza wriet illi l-kwantitajiet li hemm bżonn huma fil-proporzjonijiet li ġejjin:

Prodott kummerċjali: (partijiet bl-użin)	:	Ilma: (partijiet bil-volum)	:	Isopropanol: (partijiet bil-volum)
1		0.5–2		1–2.5

Fil-prinċipju, iżda, m'hemmx l-ogħla limiti għall-ilma u l-isopropanol.

Aktar ma s-sustanza jkollha t-tendenza li tagħqad fis-sospensjoni, aktar ikun jinħtieġ ilma; għandu jiżdied l-ilma sakemm ma jibqax aktar sediment fil-qiegħ waqt li jkun qed isir it-tħawwid.

Fil-prattika il-volum ta' isopropanol użat m'għandux ikun anqas minn li ġej:

Prodott kummerċjali: Isopropanol = 1: 1

Huwa meħtieġ volum akbar ta' isopropanol meta l-kontenut ta' l-MBAS tal-prodott kummerċjali jeċċedi sewwa l-10 % jew jekk waqt it-tħawwid ikun hemm separazzjoni mgħaġġla ta' l-isopropanol u l-fażijiet ta' l-ilma.

(ii) Il-fażi ta' l-ilma trid tkun assorbita mal-karbonat tal-potassju; eċċess żgħir m'huwiex detrimentali. Jekk il-konċentrazzjoni tal-karbonat tal-potassju hija żgħira wisq, allura jew is-safef ma jisseparawx jew il-fażi ta' l-isopropanol tibqa b'ħafna ilma, li t-tnejn kemm huma jaffettwaw ħażin il-proċess ta' estrazzjoni.

(iii) Id-distillat ta' l-isopropanol għandu fih l-ilma u jrid ikun assorbit mal-karbonat tal-potassju; is-saff t'isfel li mbagħad jinfired irid jiġi mwarrab. L-isopropanol li jibqa ", jista" jintuża għal estrazzjoni oħra. Id-distillati miksuba waqt l-ittestjar ta' prodotti kummerċjali likwidi għandhom jiġu mwarrba, imma, peress illi jistgħu jkunu preżenti solventi oħrajn.

2.2. **Separazzjoni tas-sapun mill-estratt ta' l- isopropanol**

l-ittestjar tal-bijodegradabilità ta' l-MBAS ta' prodott kummerċjali jista' ma jurix is-sewwa anki meta jintuża l-estratt ta' l-isopropanol (IPA). Il-kurvi ta' degradazzjoni ta' MBAS li jiddegradaw malajr b'mod inerenti jistgħu mbagħad jidhru kultant bħal dawk ta' TBS li jkollhom degradabilità batuta. Qabel l-ittestjar tad-degradabilità ta' l-MBAS ikun neċessarju mbagħad li jiġi separat is-sapun, li jista jfixkel, mill-estratt ta' l-alkoħol.

Dan l-ispeċifikar huwa mfassal sabiex jiżgura t-tneħħija preparatorja ta' kwantitajiet kbar, sa ċertu punt, ta' sapun mill-estratt IPA. L-estratt miksub jiġi wżat biss għall-ittestjar tad-degradabilità ta' l-MBAS u m'għandux jintuża għal aktar determinazzjonmijiet u separazzjonijiet analitiċi.

2.2.1. *Prinċipju tas-separazzjoni tas-sapun*

Jiġi maħlul fil-metanol estratt suffiċjenti ta' IPA sabiex jipproduċi mill-anqas 25 g ta' MBAS. Is-soluzzjoni tiġi magħmulha aċiduża bl-aċidu idrokloriku sabiex jinħelsu l-aċidi grassi tas-sapun. Wara li jiġi miżjud l-ilma fil-proporzjon ta' 80: 20 metanol/ilma, l-aċidi grassi jiġu estratti mill-etere taż-żejt u l-estratt jiġi mwarrab.

Il-fażi ta' l-ilma-metanol terġa' tiġi magħmulha f'alkalin u titħalla tevapora sakemm tinxef. Il-fdal imnixxef jiġi wżat direttament għat-test tad-degradazzjoni wara li l-kontenut MBAS tiegħu ikun ġie determinat.

2.2.2. *Il-proċedura*

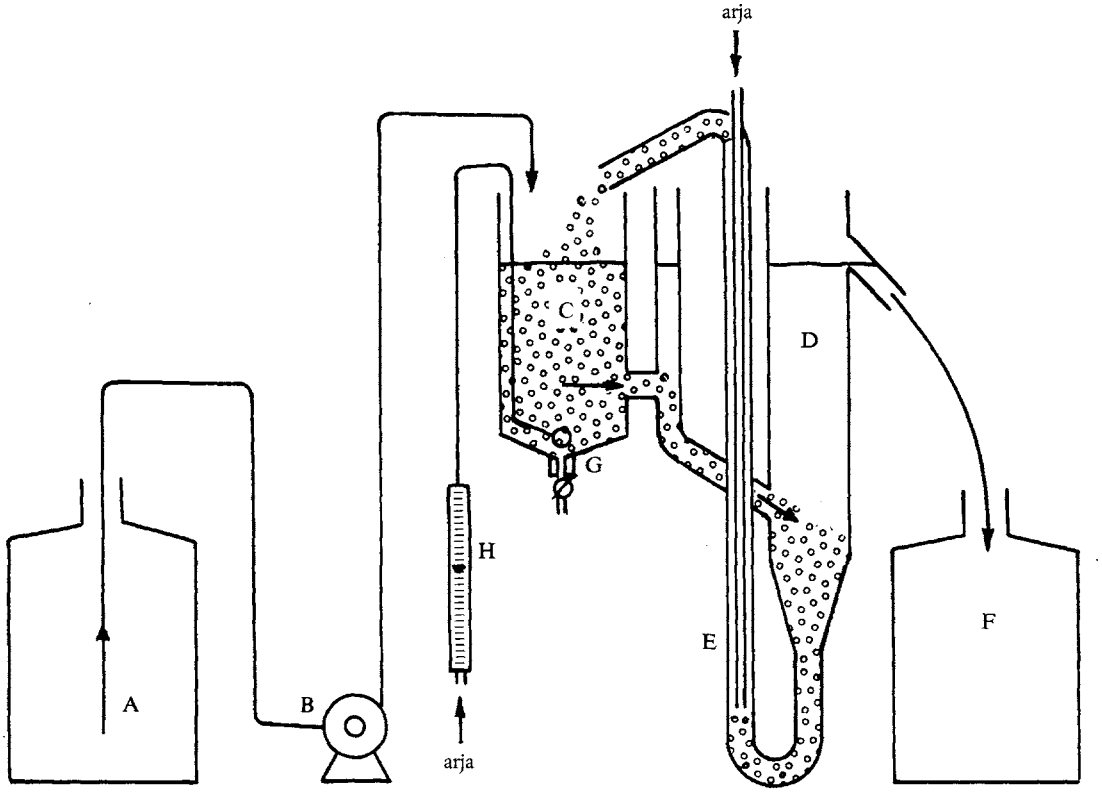
Ħoll kwantità ta' IPA ġewwa flixkun Erlenmeyer ta' żewġ litri li jkun fih mill-anqas 30 g MBAS f'madwar 100 ml metanol filwaqt illi ssaħħan b'mod ġentili. Wara li żżid total ta' 800 ml metanol, żid 5 sa 10 qatriet ta' soluzzjoni ta' aċidu karboliku blu (0.04 %) u iddoża sa pH 3 (kulur isfar) bi 2N aċidu idrokloriku. Filwaqt illi jiġi kunsidrat il-volum ta' l-aċidu idrokloriku miżjud, żid bl-ilma distillat sa total ta' litru. Soluzzjoni ta' aċidu karboliku blu: 0.4 g aċidu karboliku blu maħlul f' 200 ml 96 % ethanol u żid sa litru bl-ilma distillat.

Biex toħroġ l-aċidi grassi, ħawwad is-soluzzjoni darba bi 300 ml u darbtejn b'200 ml n-hexane ġewwa lembut ta' separazzjoni b'qisien xierqa. Jekk hemm bżonn, l-estrazzjoni tista tiġimagħmulha f'diversi lembut ta' separazzjoni żgħar. Jekk ifeġġu safef intermedji mdardra, dawn jiġu miżjuda mal-fażi t-isfel fl-ewwel żewġ estrazzjonijiet u mal-fażi ta' fuq fl-aħħar estrazzjoni.

Jekk il-volum medju tas-soluzzjoni ma jkunx biżżejjed sabiex tinħall u tinqala' fil-kaz ta' kontenut ta' sapun għoli ħafna, jistgħu jintużaw multipli korrispondenti. Iġbor il-partijiet tal- n-hexane u aħsel f'200 ml ta' ilma metanol (80: 20). Safef intermedji mdardra jinżammu fil-fażi tal- n-hexane, li tiġi mwarrba.

Iġbor il-partijiet ta' l-ilma metanol u ddoża sa pH 9 b'1N idrossidu tas-sodju fil-preżenza ta' phenol-phthalein. Ikkonċentra s-soluzzjoni fil-banjumarija sakemm il-metanol ikun evapora u erġa' ħoll l-estratt fl-ilma fil-banjumarija. Il-kontenut ta' l-MBAS ta' din is-soluzzjoni imbagħad jiġi determinat permezz tal-metodu deskritt hawn fuq.

Figura 1



A. Reċipjent tal-ħażna
B. Apparat li jkejjel
C. Reċipjent ta' arjazzjoni (li jesgha 3 litri)
D. Reċipjent tas-sediment
E. Pompa li timbotta l-arja
F. Reċipjent li jilqa'
G. Arjatur
H. Meter li jkejjel il-ġiri ta' l-arja

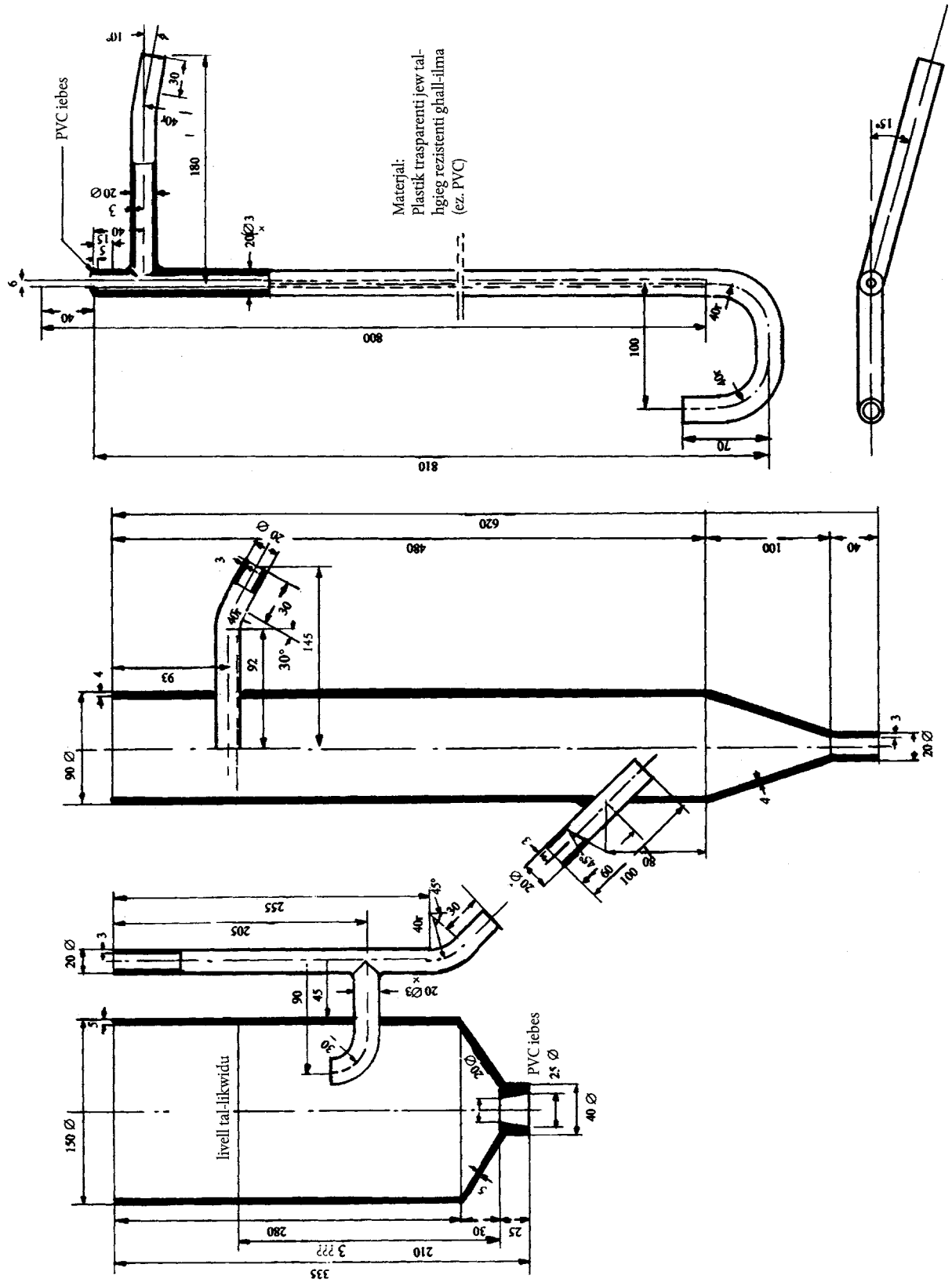

PVC iebes
Materjal:
Plastik trasparenti jew tal-
ħġieg reżistenti għall-ilma
(ez. PVC)
livell tal-likwidu
PVC iebes

Figure 2

Figura 3

Kalkolu tal-bijodegradabilità

Test ta' konferma

